

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Liberec 2007

Bc. Lenka Fikerová

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ**



**VÝVOJ METOD
PRO MĚŘENÍ KONTAKTNÍCH ÚHLŮ
MEZI VLÁKNEM A KAPALINOU**

**Evolution of Methods
for Measuring of Contact Angles
between Fiber and Liquid**

PROHLÁŠENÍ

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, dne 15. května 2007

.....
Bc. Lenka Fikerová

Poděkování

Děkuji vedoucímu mé práce Ing. Josefu Dembickému, Ph.D. za odborné vedení a podnětné rady, Ing. Janě Grabmüllerové za pomoc při zpracování snímků na elektronovém mikroskopu. Moje poděkování patří také Ing. Darině Jašíkové za technickou pomoc při experimentu a ověřování technických změn u gravimetrické metody.

Za nezištnou a účinnou pomoc při zdolávání úskalí teoretického základu v počátcích mého vysokoškolského studia děkuji prof. RNDr. Janě Přívratské, CSc. Ph.D., bez níž bych nebyla tam, kde jsem nyní.

V neposlední řadě upřímně děkuji za trpělivost a velkou podporu ve studiu své rodině a všem přátelům, kteří se chodili ptát, jak to jde, když to nešlo.

Anotace

Diplomová práce se zabývá systémem kapalina - pevná látka - plyn a teorií povrchového chování kapalin. Jsou zde vysvětleny jevy související s povrchovou energií, povrchovým napětím, princip a podmínky rovnováhy systému.

V experimentální části jsou zpracovány dvěma na sobě nezávislými metodami měření kontaktního úhlu syntetických vláken, porovnány výsledky kontaktních úhlů a povrchových napětí určených optickou a gravimetrickou metodou. S využitím těchto metod byly určeny povrchové charakteristiky vybraných textilních vláken a porovnány s publikovanými hodnotami.

V závěru je analyzován vliv jemnosti vláken a členitosti jejich povrchu na hodnoty povrchových napětí syntetických vláken.

Pro zlepšení snímání celého průběhu měření, zajištění reprodukovatelnosti naměřených hodnot a snadnější obsluhu počítačového programu je v práci řešeno několik technických problémů u obou metod.

Annotation

This diploma work deals with the system of liquid-solid material-gas and the theory of surface liquids characteristics. Work contains explanation of appearances contextual to definitions as surface energy, surface tension, principle and conditions of system balance.

Experimental part deals with two methods, which are independently to each other, of measurement dihedral angle of synthetic fibres and comparing results of dihedral angles and surface tensions realized by optical and gravimetrical observations. With use of these methods were determined surface characteristics of choiced textile fibres and subsequently compared to published values.

In the end of this work is made analysis of influence of fineness fibres and surface segmentation to surface tension values of these synthetic fibres.

To improve the sensing process, guarantee the reproduction of discovered values and easier service of computer programme were resolved some few technical problems in both mentioned methods.

| | |
|--|-----------|
| SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK | 8 |
| 1. ÚVOD | 10 |
| 2. TEORETICKÁ ČÁST | 12 |
| 2.1 Povrchové napětí a energie kapaliny | 12 |
| 2.1.1 Molekulární výklad vzniku povrchového napětí kapalin | 14 |
| 2.2 Kapilární jevy | 15 |
| 2.3 Měření povrchového napětí kapaliny | 16 |
| 2.3.1 Metoda odtrhávání prstence | 16 |
| 2.3.2 Metoda Wilhelmyho | 16 |
| 2.3.3 Metoda stalagmometrická | 17 |
| 2.3.4 Metoda vztlínání kapaliny do kapiláry | 18 |
| 2.3.5 Analýza tvaru kapek a bublin | 18 |
| 2.3.6 Metoda oscilujícího paprsku | 19 |
| 3. INTERAKCE KAPALINA - PEVNÁ LÁTKA | 20 |
| 3.1 Charakteristika smáčení | 20 |
| 3.2 Hystereze smáčení | 21 |
| 3.3 Kontaktní úhel | 23 |
| 3.4 Měření kontaktního úhlu na vláknech a vlascích | 25 |
| 3.4.1 Wilhelmyho vyvažovací metoda | 26 |
| 3.4.2 Wilhelmyho princip rovnováhy | 26 |
| 3.4.3 Měření úhlu vyvažováním Wilhelmyho destičky | 28 |
| 3.4.4 Přímé měření kontaktního úhlu na desce | 29 |
| 3.4.5 Metoda přisedlé kapky | 30 |
| 3.4.6 Metoda nakloněné desky | 31 |
| 3.5 Povrchová energie a charakteristiky smáčivosti | 32 |
| 3.5.1 Metody výpočtu povrchové energie pevné látky | 33 |
| 3.5.1.1 Statická metoda podle Gooda a Girifalca | 33 |
| 3.5.1.2 Harmonická metoda podle Wu | 34 |
| 3.5.1.3 Geometrická metoda podle Fowkese | 35 |
| 3.6 Mezifází a jeho povrchová energie | 36 |
| 3.6.1 Kritické povrchové napětí smáčivosti γ_c | 36 |
| 3.6.2 Identifikace kritického povrchového napětí | 36 |
| 4. CÍL | 38 |

| | |
|--|----|
| 5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST | 39 |
| 5.1 Použité materiály | 40 |
| 5.1.1 Příprava vlákenného materiálu extrakcí | 40 |
| 5.1.2 Příprava vlasců | 41 |
| 5.2 Použité kapaliny | 43 |
| 5.3 Podélné a příčné řezy vláken a vlasců | 44 |
| 5.4 Gravimetrická metoda řízená krokovým motorem | 45 |
| 5.4.1 Popis měřicího zařízení | 48 |
| 5.4.2 Zařízení na posuv vlákna | 49 |
| 5.4.3 Program pro měření dynamického průběhu | 51 |
| 5.4.4 Návrh změn konstrukce | 53 |
| 5.5 Měření kontaktního úhlu optickou metodou | 55 |
| 5.5.1 Postup měření - optická metoda | 57 |
| 5.5.2 Návrh změn | 58 |
| 6. VÝSLEDKY MĚŘENÍ A DISKUZE | 59 |
| 6.1 Kontaktní úhly – gravimetrická metoda | 60 |
| 6.2 Kontaktní úhly – optická metoda | 62 |
| 6.3 Kontaktní úhly – porovnání výsledků vlasců | 64 |
| 6.4 Povrchové napětí – porovnání výsledků | 65 |
| 6.5 Analýza výsledků měření | 67 |
| 6.5.1 Porovnání vypočtených hodnot povrchových napětí s publikovanými hodnotami | 68 |
| 6.5.2 Porovnání výsledků získaných optickou metodou pro materiál PES | 70 |
| 7. ZÁVĚR | 72 |
| 8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY | 74 |

PŘÍLOHA

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

| | |
|--------------|---|
| PAD | ... polyamid |
| PAN | ... polyakrylonitril |
| PE | ... polyethylen |
| PES | ... polyester |
| POP | ... polypropylen |
| PVC | ... polyvinylchlorid |
| AB, AS, BS | ... mezifázové rozhraní mezi látkou A a B , A a S , B a S |
| A_k | ... volná energie koheze [Jm^{-2}] |
| d | ... šířka destičky [m], hustota kapaliny [kgm^{-3}] |
| dF | ... změna Helmholtzovy energie [J] |
| dF_1, dF_2 | ... diferenciální změna Helmholtzovy energie [J] |
| h | ... výška kapalinového sloupce v kapiláře [m], výška kapky [m] |
| dh | ... změna výšky hladiny [m] |
| D | ... průměr základny kapky [m] |
| F | ... neanalytická funkce R a V , síla [N] |
| F' | ... reakce působící síly F [N] |
| F_b | ... vztlaková síla [N] |
| F_w | ... Wilhelmyho síla [N] |
| g | ... gravitační zrychlení [m s^{-2}] |
| m | ... hmotnost kapky [g] |
| H | ... sací výška [m] |
| k | ... korekční koeficient [-] |
| l | ... délka příčky [m], délka horizontálně uložené části vlákna [m] |
| L | ... smáčená délka [m], délka ponoření vertikálně situovaného vlákna [m] |
| N | ... počet kapek o známém celkovém objemu stalagmometru, počet vláken [-] |
| p | ... kapilární tlak [Pa] |
| P | ... tlak v soustavě [Pa] |
| r | ... poloměr vlákna [m] |
| R | ... poloměr kapiláry a menisku kapaliny [m], poloměr kapiláry [m] |
| R_1 | ... poloměr křivosti ve směru průhybové křivky kapaliny [m] |
| R_2 | ... poloměr křivosti ve směru kolmém na R_1 [m] |
| r_p | ... poloměr prstence [m] |
| s | ... posun příčky působením síly F [m] |
| S | ... roztírací koeficient [N m^{-1}] |
| t | ... tloušťka destičky [m] |
| T | ... termodynamická teplota [K] |
| T_c | ... teplota tání |
| v | ... rychlost vlákna pohybujícího se vertikálně směrem do kapaliny [m s^{-2}] |

| | |
|--|--|
| V | ... objem kapky [mm^3] |
| γ | ... povrchové napětí kapaliny [N m^{-1}], povrchová energie [J m^{-2}] |
| γ_c | ... kritické povrchové napětí [N m^{-1}] |
| γ_{lg}^n | ... nedisperzní složka povrchového napětí kapaliny [N m^{-1}] |
| γ_{lg}^d | ... disperzní složka povrchového napětí kapaliny [N m^{-1}] |
| γ_s^d | ... disperzní složka povrchové energie pevné látky [J m^{-2}] |
| γ_s^n | ... nedisperzní složka povrchové energie pevné látky [J m^{-2}] |
| $\gamma_{\text{LG1}}, \gamma_{\text{LG2}}$ | ... povrchové napětí 1./2. kapaliny [N m^{-1}] |
| $\gamma_{\text{LG1}}^n, \gamma_{\text{LG2}}^n$ | ... nedisperzní složka povrchového napětí 1./2. kapaliny [N m^{-1}] |
| $\gamma_{\text{LG1}}^d, \gamma_{\text{LG2}}^d$ | ... disperzní složka povrchového napětí 1./2. kapaliny [N m^{-1}] |
| γ_{sg} | ... mezipovrchová energie na rozhraní pevná látka - plyn [J m^{-2}] |
| γ_{sl} | ... mezipovrchové napětí na rozhraní pevná látka - kapalina [N m^{-1}] |
| γ_{lg} | ... mezipovrchové napětí na rozhraní kapalina - plyn [N m^{-1}] |
| γ_s | ... celková povrchová energie [J m^{-2}] |
| ω | ... úhlová rychlost rotace [s^{-1}] |
| π | ... Ludolfovo číslo |
| ρ | ... hustota kapaliny [kg m^{-3}] |
| ρ_1, ρ_2 | ... hustoty obou nemísitelných kapalin $\rho_1 > \rho_2$ [kg m^{-3}] |
| θ | ... úhel smáčení (kontaktní úhel) [$^\circ$] |
| θ_1, θ_2 | ... kontaktní úhel vlákna s 1./2. kapalinou [$^\circ$] |
| θ_A | ... postupující úhel [$^\circ$] |
| θ_R | ... ustupující úhel [$^\circ$] |
| θ_{2O} | ... vyořovací úhel při optické metodě |
| θ_{2G} | ... vyořovací úhel při gravimetrické metodě |
| GM | ... gravimetrická metoda |
| OM | ... optická metoda |

Motto: Člověk má své meze, ale nikdy nemůže vědět, že to nač narazil, jsou už opravdu ony.

1. ÚVOD

Problematika chování textilních vláken a vláknenných systémů při kontaktu s kapalinou představuje důležitou partii vlastností textilních materiálů. Smáčení textilií je typickou mezioborovou problematikou, u které je obtížné vymezit její hranice. Lze je charakterizovat jako stav, kdy je kapalina přivedena do kontaktu s povrchem pevné látky. Existuje množství variant - kapalina se může pohybovat po pevné látce, vytlačit plynnou fázi vytvářející původní mezifázi s pevným povrchem a finálně utvořit systém, při kterém se ustaví na rozhraní mezi kapalinou, pevným povrchem a plynem úhel nazývaný kontaktní. V jiném případě se může kapalina rozetřít na povrchu pevné látky a zcela vytlačit plynnou fázi. Zde se evidentně ustaví nulový kontaktní úhel.

Samovolné vztlínání kapaliny v textiliích je dosud nedostatečně teoreticky prozkoumáno. Pro analýzu statiky vztlínání se běžně používají vztahy platné pro kapiláry. V mnohé literatuře o vztlínání v textiliích se nepodařilo nalézt žádný model, který by pracoval s textilním popisem textilie. Parametry textilií jako zákrut, dostava či plošná hmotnost nebyly nikde diskutovány a je zcela zřejmé, že vztlínání a smáčivost velmi zásadně ovlivňují. Často dochází z neznalosti specifik vztlínání do textilního útvaru k zanedbání těchto důležitých faktorů a výsledky jsou pak zatíženy zbytečnou chybou [19, 20].

V práci je popsán systém kapalina - pevná látka - plyn a teorie povrchového chování kapalin. Jsou zde vysvětleny jevy související s povrchovou energií, povrchovým napětím, princip a podmínky rovnováhy.

Thomas Young [9] dal do spojitosti kontaktní úhel s povrchovými energiemi na mezifázi pevná látka - kapalina - plyn. První aplikace měření povrchových energií učinil W. A. Zisman [17, 18]. Podle něj se povrchové energie pevných látek získávají stanovením kritického povrchového napětí. Významné je také jeho zjištění hystereze postupujícího a ustupujícího kontaktního úhlu.

Kontaktní úhel je běžná a použitelná charakteristika měření smáčivosti. Dává informaci o povrchových energiích a povrchové heterogenitě. Smáčení vláknenných materiálů může silně ovlivňovat řadu výrobních postupů a stejně tak užité vlastnosti textilního ma-

terialu. Určité projevy chování při smáčení mohou být použity ke kontrole změn v povrchové energii materiálu.

Přestože je popis interakcí kapaliny s vlákny důležitý pro praxi, více teoretických příspěvků je věnováno smáčení jiných pevných povrchů [15]. Jsou zde však podstatné rozdíly, které je třeba si uvědomit. Uvedme si základní dvě odchylky. Vláknenná masa je zpravidla heterogenní a anizotropní, vlákno v textilním materiálu není obecně napřímené [14]. Zvláštní pozornost si zaslouží příspěvky, týkající se smáčení elementárního vlákna. Tento problém je řešen v [5, 6, 8, 14, 15, 16] a je také předmětem této práce.

Základní vlastnost materiálů, která je důvodem interakcí na mezifázových rozhraních, je volná povrchová energie. Mnoho metod dovoluje precizní určení volné povrchové energie kapalin, ale žádná přímá metoda pro stanovení volné povrchové energie pevných látek není známa. Tato charakteristika je často určována z hodnot kontaktních úhlů různých kapalin na zkoumané pevné látce. Určování kontaktních úhlů na vláknech s průměrem od 10 μm je však velmi náročné na přesnost. Dosud používané metody jsou komplikované a často nepřesné.

V experimentální části práce jsou uvedeny způsoby určování některých veličin - kontaktní úhel a povrchové napětí.

Pro vlastní měření byla použita gravimetrická metoda s řízeným krokovým motorem, určená k měření kontaktního úhlu postupujícího a ustupujícího mezi jednotlivými vlákny a kapalinou na základě sledování sil v soustavě, které vznikají při definovaném kontaktu vláken s kapalinou. S měnící se polohou vlákna vůči povrchu kapaliny se mění i sledované síly. Z řízeného pohybu vlákna a současně zaznamenávaných dat lze získat velikost kontaktního úhlu.

Pro zlepšení snímání celého průběhu měření, reprodukovatelnosti naměřených hodnot a snadnější obsluhy počítačového programu se v této práci řeší několik technických kroků.

Druhou metodou použitou k měření statického kontaktního úhlu je metoda optická, umožňující přímé odečtení hodnoty kontaktního úhlu z obrazové analýzy a případně fotografií měření, pokud je mikroskop s fotoaparátem připojen na počítač. Z vytvořeného fotografického snímku lze okamžitě získat hodnotu kontaktního úhlu.

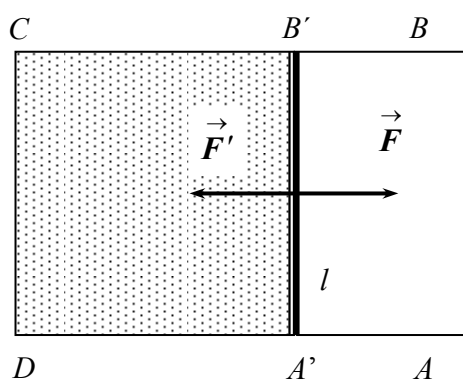
I tato metoda prošla menším technickým vývojem pro zlepšení komfortu uživatele a zajištění reprodukovatelnosti získaných hodnot.

Výsledky měření jsou shrnuty do přehledných tabulek a grafů.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 POVRCHOVÉ NAPĚTÍ A ENERGIE KAPALINY

Jednou z významných vlastností kapalin je, že se snaží, aby za daných podmínek byl jejich povrch co nejmenší [13]. Například kapka deště má snahu zaujmout tvar koule, což je tvar, který pro daný objem má nejmenší povrch. Pro kvantitativní zachycení tohoto jevu uvažujme uspořádání znázorněné na Obr. 2.1 [7].



Obr. 2.1: Schéma znázorňující princip povrchového napětí kapalin.

V rámečku $ABCD$ je příčka $A'B'$, která se může pohybovat po rovnoběžných stranách AD a BC . Ponořením do kapaliny a opatrným vyjmutím lze docílit toho, že se v části ohraničené rámečkem a příčkou ($A'B'CD$) vytvoří kapalinový film. Kapalina se snaží o to, aby její povrch byl co nejmenší, proto působí na příčku ve směru kolmém k $A'B'$ síla F' , která musí být vyrovnána stejně velkou silou opačného směru k síle F , nemá-li se příčka $A'B'$ pohybovat. Experimentálně bylo zjištěno, že velikost této síly je pro určitou kapalinu za dané teploty a tlaku závislá jen na délce l příčky $A'B'$ (např. na velikosti plochy $A'B'CD$). Na jednotku délky působí tedy ve směru povrchu síla:

$$\gamma = \frac{F}{2l} \quad (1)$$

K tomu, aby se příčka $A'B'$ posunula doprava o s cm, je nutno vynaložit práci $L = Fs$. Při tomto posunu se zvětší povrch kapalinového filmu o $2ls$. Odtud plyne, že práce potřebná k zvětšení povrchu o plošnou jednotku má číselně i rozměrově stejnou hodnotu jako povrchové napětí [3], které určíme podle následující rovnice:

$$\frac{F s}{2 l s} = \frac{F}{2 l} = \gamma \quad (2)$$

Zdánlivý povrch kapaliny nebo pevné látky je ve skutečnosti rozhraním v rovnováze s další fází, kterou je pevná látka, kapalina nebo plyn [2]. Řada fyzikálních a chemických procesů probíhá na rozhraní mezi sousedícími fázemi.

Fáze je část objemu zkoumaného systému, ve které jsou vlastnosti konstantní nebo se spojitě mění v prostoru. Z makroskopického hlediska fázovým rozhraním rozumíme plochu, na které se jedna nebo více vlastností mění skokem. Z molekulárního hlediska mají fázová rozhraní určitou tloušťku i objem. Vlastnosti fázového rozhraní jsou ovlivňovány vlastnostmi obou stýkajících se fází. Fázová rozhraní bývají klasifikována podle skupenského stavu stýkajících se objemových fází [4]:

| Rozhraní | Značení | Mezipovrchová energie (= povrchové napětí) |
|---------------------------|---------|---|
| kapalina - plyn | lg | γ_{lg} |
| pevná látka - plyn | sg | γ_{sg} |
| kapalina - kapalina | ll | γ_{ll} |
| kapalina - pevná látka | ls | γ_{ls} |
| pevná látka - pevná látka | ss | γ_{ss} |

Termodynamickou podmínku potřebnou k udržení stálého povrchu představuje kladná hodnota γ_{lg} nebo γ_{ll} . Pokud se povrchová energie zmenšuje k nule nebo se stává zápornou, neexistuje odpor k neomezené expanzi povrchu. Tato situace odpovídá např. kontaktu dvou vzájemně mísitelných kapalin.

Pro čistou kapalinu v rovnováze s její čistou párou platí podmínka $\gamma_{lg} = 0$ při kritické teplotě (T_C), kdy se staly tyto dvě fáze od sebe nerozeznatelné a tím zaniká povrchová vrstva mezi nimi [1].

Povrch kapaliny lze charakterizovat povrchovým napětím, které udává jakou silou musíme působit, abychom zvětšili povrch kapaliny [13]. Povrchová vrstva molekul má tedy specifické vlastnosti - povrch kapaliny se snaží zaujmout vždy co nejmenší plochu [2]. Pokud na kapalinu nepůsobí vnější síly, zaujímá kapalina kulový tvar. Téměř kruhový povrch se vytváří i v případě, jsou-li vnější síly velmi malé proti silám povrchovým.

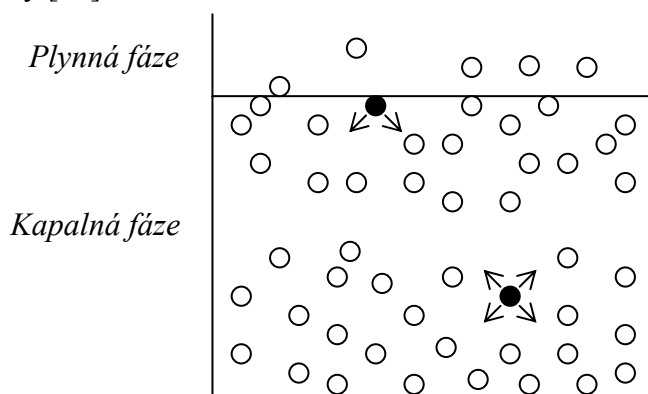
Povrchová vrstva se snaží stáhnout na nejmenší velikost, je v ní tedy napětí, které nazýváme **povrchové napětí** γ . Je definováno jako síla v rovině povrchu, kterou působí jednotková délka mezifáze proti snahám o zvětšení mezifází. Pokud je povrchové napětí kladné, je požadována kladná práce k rozšíření povrchu. Následkem toho kapičky kapaliny spontánně inklinují k tvorbě kulovitých tvarů, které poskytují minimální plochu povrchu.

Povrchová energie je definována jako energie, kterou je třeba dodat k zvětšení mezifázi o jednotkovou plochu. Povrchové napětí i povrchová energie popisují stejný jev a mají i stejný rozměr ($\text{Nm}^{-1} = \text{Jm}^{-2} = \text{kg s}^{-2}$).

Termín „povrchové napětí“ se používá častěji pro kapalinová mezifázi (*ll*, *lg*). „Povrchová energie“ se používá zejména při popisu mezifází tvořícího povrch pevné látky (*ss*, *sl*, *sg*). Oba termíny jsou z fyzikálního hlediska zaměnitelné.

2.1.1 Molekulární výklad vzniku povrchového napětí kapalin

Molekuly uvnitř kapaliny (viz Obr. 2.2, [7]) jsou obklopeny rovnoměrně jinými molekulami. Působí na ně tedy ze všech stran stejně velké síly. Naproti tomu molekuly na mezifázi jsou obklopeny molekulami téže fáze jen ze strany jedné a z boku, proto jsou přitahovány směrem dovnitř a kapalina se snaží, aby její povrch byl co nejmenší. Z tohoto hlediska se povrchové napětí jeví jako složka sil působící na jednotku délky ve směru povrchu kapaliny [22].



Obr. 2.2: Molekulární výklad vzniku povrchového napětí kapalin.

Za nízkých tlaků (i za atmosferického) jsou síly působící ze strany plynné fáze zanedbatelné vzhledem k silám působícím ze strany fáze kapalně, a proto je povrchové napětí mezi kapalinou a plynem prakticky nezávislé na chemické povaze plynné fáze (pokud ovšem plyn s kapalinou nereaguje nebo se v ní nerozpouští) [7].

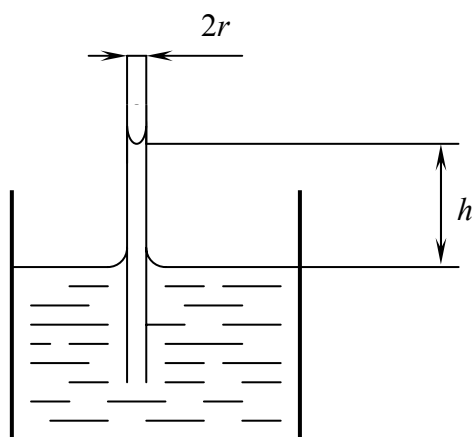
Není tomu tak v případě povrchového napětí mezi kondenzovanými fázemi. Toto napětí, které se obvykle nazývá napětím mezifázovým nebo mezipovrchovým, je značně závislé na chemické povaze obou fází.

Kvalitativně lze tuto závislost snadno vysvětlit tím, že na molekuly, které jsou na rozhraní dvou kondenzovaných fází (např. dvou nemísitelných kapalin), působí značné síly z obou stran a ty jsou závislé na chemické povaze a na stavu složek obou fází.

2.2 KAPILÁRNÍ JEVY

Podstatným rozdílem mezi klasickou kapilárou a textilií je v tom, že kapilára je „uzavřená“ a textilie „otevřená“ kapilární soustava. Z kapiláry kapalina nemůže vytéct do stran, zabráňují tomu pevné stěny. V textilií žádné pevné stěny nejsou, takže kapalina je v systému držena svým povrchovým napětím.

Jestliže se ponoří skleněná kapilára do kapaliny, která smáčí její povrch, stoupá kapalina uvnitř kapiláry, až v rovnováze dosáhne určité výšky [22] (viz Obr. 2.3).



Obr. 2.3: Kapilární elevace.

Ze známé hodnoty poloměru kapiláry, kontaktního úhlu, hustoty kapaliny a z naměřené výšky kapalinového sloupce je možno vypočítat povrchové napětí (3) [7].

$$\gamma_{lg} = \frac{hr\rho g}{2 \cos \theta} \quad (3)$$

Výše uvedený matematický vztah (3) je možné odvodit následující úvahou. Stoupne-li výška hladiny v kapiláře o dh , zvětší se styčná plocha mezi kapalnou a pevnou fází o $2\pi r dh$, proto je změna Helmholtzovy energie při tomto ději dána vztahem (4) [23].

$$dF_1 = 2\pi r(\gamma_{sl} - \gamma_{sg})dh \quad (4)$$

Sloupec kapaliny v kapiláře má hmotu $\pi r^2 h \rho$ a k jeho vyzdvižení o dh je zapotřebí vynaložit práci $\pi r^2 h \rho g dh$. Tím se změní Helmholtzova funkce na (5).

$$dF_2 = \pi r^2 h \rho g dh \quad (5)$$

Myslí-li se zde systém za stálé teploty a stálého objemu, který podle obecného termodynamického kritéria bude v rovnováze tenkrát, bude-li mít jeho celková Helmholtzova energie minimální hodnotu. V případě rovnováhy tedy platí rovnice (6) a (7) [7, 23].

$$dT = 0, dV = 0, dF = dF_1 + dF_2 = 0 \quad (6)$$

$$2\pi r(\gamma_{sl} - \gamma_{sg}) dh + \pi r^2 h \rho g dh = 0 \quad (7)$$

2.3 MĚŘENÍ POVRCHOVÉHO NAPĚTÍ KAPALINY

Pro zjišťování povrchového napětí se používá řada metod. Základní dělení je na metody:

- statické
- dynamické

V následujících odstavcích je uveden výběr používaných metod [4].

2.3.1 Metoda odtrhávání prstence

Měří se síla F , potřebná pro odtržení tenkého prstence z platinového drátu od povrchu kapaliny. Prstenec musí být dobře smáčen kapalinou ($\theta \approx 0^\circ$). Často se pracuje tak, aby nedošlo k odtržení prstence – pak je tato metoda statická podobně jako metoda Wilhelmyho.

Pro povrchové napětí platí

$$\gamma_{lg} = \frac{F}{4 \pi r_p} k \quad (8)$$

Korekční koeficient (uváděný ve speciálních tabulkách, [25]) je závislý na geometrii prstence (je funkcí r_p^3/V a r_p/r , kde r_p je poloměr prstence, r je poloměr drátu, z něhož je prstenec zhotoven a V je objem menisku).

Tato metoda se častěji používá jako metoda srovnávací.

2.3.2 Metoda Wilhelmyho

Tenká destička šířky d , dobře smáčená studovanou kapalinou, se upevní na vahadlo vah a ponoří do kapaliny. Na povrchu destičky se tvoří z obou stran menisky, jejichž tvar a maximální výška vzestupu je určena Laplaceovou-Youngovou rovnicí. Celková hmotnost vztlínající kapaliny připadající na jednotku obvodu destičky pak nezávisí na tvaru menisku a při nulovém úhlu smáčení ($\theta = 90^\circ$) je rovna povrchovému napětí.

Pro sílu F , kterou je nutno vynaložit pro vyvážení destičky o šířce d a tloušťce t ($t \ll d$), platí vztah:

$$F = 2(d + t)\gamma_{lg} \sin \theta \cong 2d\gamma_{LG} \quad (9)$$

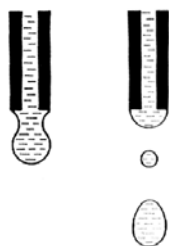
Síla F se obvykle měří při takové poloze destičky, kdy její dolní hrana je přesně ve výši hladiny kapaliny [26].

2.3.3 Metoda stalagmometrická

Tato metoda je založena na měření objemu (resp. hmotnosti) kapek, které se zformují na konci kapiláry [27]. Stalagmometr je přístroj umožňující experimentálně zjistit objem kapky za velmi dobře kontrolovaných podmínek. K odtržení kapek od rovinného povrchu zabroušeného řezu kapiláry dochází působením gravitace.

Přesný výpočet vztahu mezi povrchovým napětím kapaliny a objemem jednotlivé kapky není matematicky snadné nalézt. Z fyzikálního hlediska je tento problém komplikovaný. Zúžení, vytvářející se mezi kapkou a částí kapaliny, která zůstává na konci kapiláry, má menší průměr než kapilára.

Při odtržení se vytváří mimo velkou kapku ještě jedna nebo několik drobných kapiček. Tyto kapičky vznikají při prasknutí nestabilní spojky mezi kapkou a kapalinou u konce kapiláry (viz Obr. 2.4).



Obr. 2.4: Schéma odtrhávání kapky z kapiláry.

Část z těchto jevů nelze vyjádřit pomocí fyzikální analýzy. Povrchové napětí kapaliny lze vypočítat z hmotnosti kapek podle následující rovnice:

$$\gamma_{\text{lg}} = \frac{mgF}{2\pi R}, \quad \text{kde} \quad (10)$$

m ... hmotnost kapky [g]

V ... objem kapky [mm^3]

R ... poloměr kapiláry [mm]

F ... korekční funkce R a V daná vztahem $F = f(R/V^{1/3})$ [28].

Nejjednodušším použitím stalagmometru je srovnání objemu kapek neznámé kapaliny s objemem kapek kapaliny se známým povrchovým napětím. Pro výpočet povrchového napětí neznámé kapaliny lze použít vzorec (11).

$$\gamma_{\text{lg}}^A = \gamma_{\text{lg}}^B \frac{N^B}{N^A} \quad (11)$$

2.3.4 Metoda vztlínání kapaliny do kapiláry

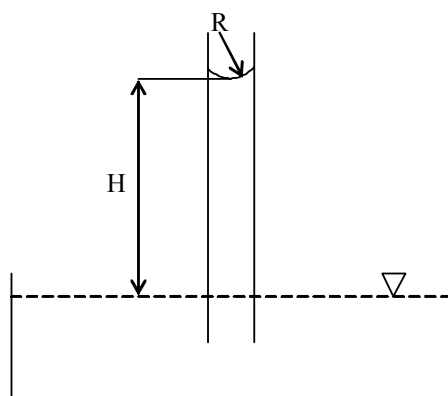
Měří se sací výška testované kapaliny v tenké svislé kapiláře o malém a přesně známém poloměru, vztlínání probíhá z nekonečného zásobníku [29].

Pokud kontaktní úhel mezi sklem a kapalinou není nulový, musí být znám s velkou přesností. Je nutné mít kapiláru malého průměru, aby meniskus kapaliny měl tvar části koule. Povrchové napětí souvisí s rovnovážnou sací výškou H (23).

K přímému výpočtu povrchového napětí kapaliny lze využít rovnici

$$g H \rho = \frac{\gamma_{lg}}{R} \quad (12)$$

Při přesnějších měřeních je třeba zavádět opravu na objem kapaliny nad spodní úrovní menisku. Při kulovém tvaru menisku je tato oprava rovna rozdílu mezi objemem válce o výšce rovnající se poloměru základny a objemem polokoule o stejném průměru, tj. $\pi R^2 H - \frac{2}{3}\pi R^3$. Při velmi přesných měřeních se uvažují odchylky od kulového tvaru menisku (zvláště při použití širokých kapilár). K tomu se využívají výsledky numerické integrace diferenciální Laplaceovy rovnice, jež se uvádějí v tabulkách.

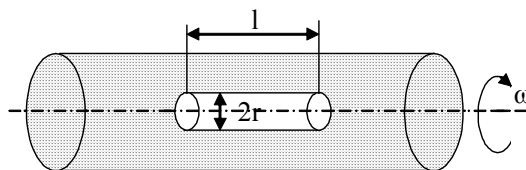


Obr. 2.6: Schéma postupu měření povrchového napětí metodou vztlínání do kapiláry.

2.3.5 Analýza tvaru kapek a bublin

Povrchové nebo mezifázové napětí se zjišťuje porovnáním charakteristických geometrických parametrů přisedlé nebo visící kapky s tabelovanými hodnotami těchto parametrů, které byly získány numerickou integrací Laplaceovy rovnice [30]. Metoda je zvláště vhodná pro měření povrchového napětí kapalin při vysokých teplotách a ke sledování stárnutí koloidních systémů.

Zajímavou variantou je *metoda rotující kapky* (viz Obr. 2.7), která umožňuje měřit velmi nízké hodnoty mezifázového napětí [4].



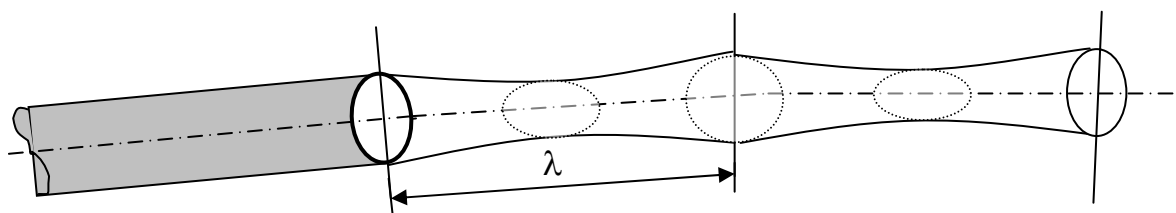
Obr. 2.7: Rotující kapka.

Trubička naplněná kapalinou se uvede do rotačního pohybu kolem své osy, do trubičky se vpraví kapka druhé kapaliny menší hustoty. Následkem působení odstředivých sil se tato kapalina roztáhne do tenkého sloupce ($l \gg r$) kolem osy rotace. Pro mezifázové napětí platí

$$\gamma = \frac{1}{4} \omega^2 (\rho_1 - \rho_2) r^2 \quad (13)$$

2.3.6 Metoda oscilujícího paprsku

Z otvoru válce ve tvaru elipsy je vypouštěn proud kapaliny [4]. Působením sil povrchového napětí, které se snaží dodat paprsku tvar válce s kruhovým průřezem, a působením setrvačných sil vznikají příčné oscilace, při nichž se postupně zaměňují delší a kratší osa elipsy. Z délky vlny λ (viz Obr. 2.8) na povrchu proudu kapaliny, která se stanovuje optickými metodami a objemové rychlosti proudění, lze určit hodnotu povrchového napětí.



Obr. 2.8: Oscilující proud kapaliny.

Metoda je vhodná pro mechanické laboratorní stanovení dynamických povrchových napětí v případech, kdy není důležitá přesnost absolutní hodnoty napětí, ale je třeba měřit rychlé změny v hodnotách napětí.

3. INTERAKCE KAPALINA – PEVNÁ LÁTKA

3.1 CHARAKTERISTIKA SMÁČENÍ

Smáčení je nahrazením mezifáze pevná látka - vzduch (vypařování) mezifází pevná látka - kapalina [31]. Smáčení je dynamický proces. V širším významu je termín smáčení používán k popisu nahrazení rozhraní pevná látka - kapalina nebo kapalina - vzduch rozhraním kapalina - kapalina a rozhraní pevná látka - vzduch rozhraním pevná látka - pevná látka.

Spontánní smáčení je migrace kapaliny na povrchu pevné látky k dosažení termodynamické rovnováhy. Na druhou stranu, vynucené smáčení zahrnuje vnější hydrodynamické a mechanické síly, které zvětšují plochu mezifází pevná látka - kapalina nad statickou rovnováhu. Smáčená plocha může být rovná nebo může mít komplikovanou geometrii.

Smáčení vláken je nahrazení mezifáze vlákno - vzduch mezifází vlákno - kapalina. Smáčení vlákenného svazku, stejně jako textile, je komplikovaný proces. Různé smáčecí mechanismy, jako vztlínání, proudění, adheze a kapilární penetrace se mohou vyskytovat současně. Tab. 3.1 znázorňuje přehled chování pevné látky a dvou nemísitelných kapalin při vzájemném kontaktu [32].

Tab. 3.1: Tuhá látka a dvě nemísitelné kapaliny.

| Podmínka | I. Rovný povrch S | II. Kulovitá částice S |
|---|--------------------------------------|--------------------------|
| $\gamma_{AS} \geq \gamma_{BS} + \gamma_{AB}$ | rozestírání, film B mezi A a S | přejde do B |
| $\gamma_{BS} < \gamma_{AS} < \gamma_{BS} + \gamma_{AB}$ | smáčení A i B, ostrý úhel θ_B | v rozhraní, většinou v B |
| $\gamma_{AS} = \gamma_{BS}$ | smáčení A i B, pravý úhel | uprostřed rozhraní |
| $\gamma_{AS} < \gamma_{BS} < \gamma_{AS} + \gamma_{AB}$ | smáčení A i B, ostrý úhel θ_A | v rozhraní, většinou v A |
| $\gamma_{BS} \geq \gamma_{AS} + \gamma_{AB}$ | rozestírání, film A mezi B a S | přejde do A |

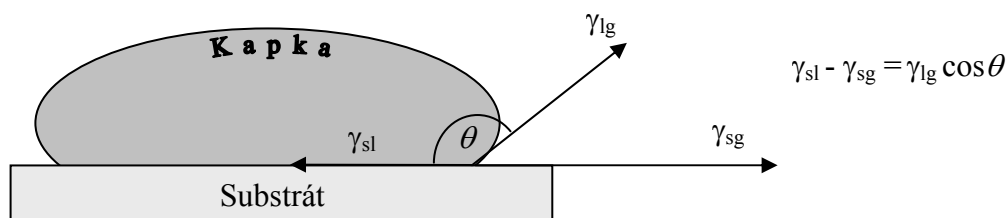
O energetické výhodnosti smáčení pevné látky kapalinou rozhodují následující faktory:

- kvantita a kvalita mezimolekulárních sil v kapalině,
- kvantita a kvalita mezimolekulárních sil v pevné látce.

Platí, že kapalina bude smáčet povrch pevné látky nejochotněji, pokud bude mít stejnou kvantitu a kvalitu mezimolekulárních sil – látky budou mít velmi blízké molekulární složení. Např. voda ideálně smáčí led (při 0 °C).

Smáčivost je ovlivněna pouze povrchem pevné látky, protože kapalina do hmoty pevné látky neproniká. Praktickým projevem tohoto faktu při smáčení textilií je např. velký vliv aviváže, povrchové modifikace vláken a finálních úprav. Smáčivost textilie je vysoce závislá např. i na kvalitě odšlichtování - na tomto principu je založen jeden ze základních testů pro hodnocení stupně odšlichtování.

Kontakt kapaliny s pevnou látkou je možné popsat pomocí smáčecího úhlu [31], jehož význam je patrný z následujícího obrázku.



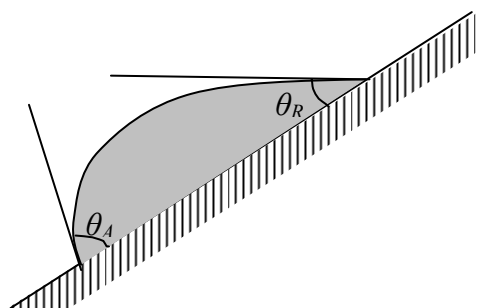
Obr. 3.1: Napětí působící na rozhraní fází.

Mezi kapalinou a substrátem (pevnou látkou) působí napětí γ_{ls} , mezi kapalinou a vzduchem působí napětí γ_{lg} . Mezi substrátem (pevnou látkou) a vzduchem působí napětí γ_{sg} . Úhel θ je dán rovnováhou sil (resp. napětí) na kontaktu tří fází (s - pevná látka, l - kapalina, g - plyn) ve směru povrchu substrátu.

3.2 HYSTEREZE SMÁČENÍ

Hystereze smáčení představuje schopnost kapaliny vytvářet při styku s pevnou látkou několik stálých (metastabilních) úhlů smáčení, lišících se velikostí od úhlu rovnovážného. Například úhel smáčení vznikající při nanesení kapky kapaliny na pevný povrch se jeví značně větší než úhel, který vzniká, jestliže se do styku se stejným povrchem ponořeným v dané kapalině uvede bublinka vzduchu.

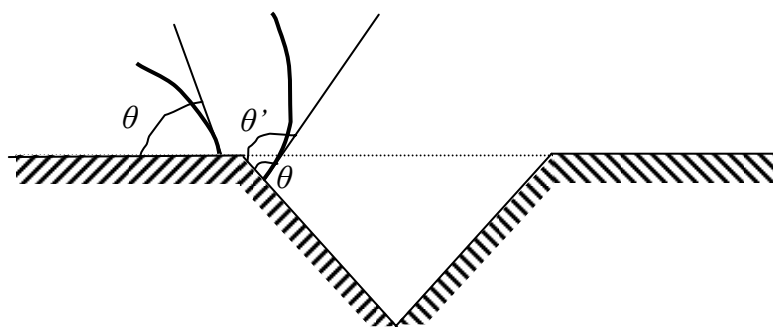
Hystereze úhlu smáčení se jasně projevuje, jestliže je povrch pevné látky s kapkou na něm nanesenou nakloněný: přitom úhel ve spodní části kapky (*úhel natékání* neboli *postupující úhel* θ_A) je značně větší než úhel ve vrchní části kapky (*úhel odtékání* neboli *ustupující úhel* θ_R), viz Obr. 3.2 [33].



Obr. 3.2: Tvar kapky na nakloněném povrchu.

Hystereze smáčení může být také spojena s adsorpcí nečistot na povrchu, jeho chemickou nestejnorodostí a dalšími faktory. Vliv drsnosti povrchu na jevy hystereze objasnil Gardner v [33].

Když kapka dospěje k okraji rýhy nebo vrypu a začíná se do ní „přelévat“, pak se zdánlivý úhel smáčení θ' vztažený k idealizovanému rovinnému povrchu pevné látky (čárkovaná přímka na Obr. 3.3) musí značně zvětšit ve srovnání se skutečným úhlem smáčení θ . Při velkém počtu rýh na povrchu pevné látky to vede k rozdílu mezi středními velikostmi postupujícího a ustupujícího úhlu.



Obr. 3.3: Postup kapky po drsném povrchu.

3.3 KONTAKTNÍ ÚHEL

V této práci uvažujeme s měřením v systému o třech fázích: plynu, kapaliny a tuhé látky. Uspořádání tohoto třífázového systému závisí na hodnotách mezifázových energií. Mezifázová energie (mezifázové napětí) je vlastnost, která charakterizuje rozhraní mezi dvěma objemovými fázemi. Rozhraní tří fází – průsečnice tří dvoufázových rozhraní – je charakterizováno smáčecím (kontaktním) úhlem.

Hodnoty mezifázových energií a smáčecího úhlu umožňují porozumět takovým jevům jako jsou smáčení a rozestírání, které jsou důležité v řadě prakticky významných pochodů, jako např. detergence, příprava vodovzdorných povrchů, příprava ochranných povrchových vrstev [37].

Jak mezifázové energie, tak kontaktní úhel jsou veličiny, které mají původ v mezimolekulárních interakcích v objemových fázích. Jejich vzájemný vztah lze ukázat na příkladu třífázového systému: kapka kapaliny umístěná na rovný povrch tuhé fáze.

V uvažovaném systému existují tři mezifázová rozhraní: mezi pevnou (s) a kapalnou (l) fází, mezi pevnou (s) a plynou (g) fází a mezi fází kapalnou (l) a plynou (g). Vyjdeme-li z obecného termodynamického kritéria rovnováhy, můžeme tedy z Youngovy rovnice

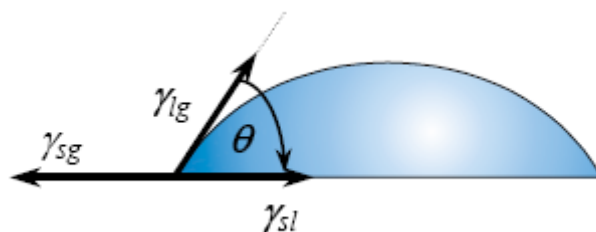
$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cos \theta \quad (14)$$

odvodit jednoduchý vztah mezi mezipovrchovými energiemi γ_{sl} , γ_{sg} , γ_{lg} a smáčecím úhlem θ :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}} \quad (15)$$

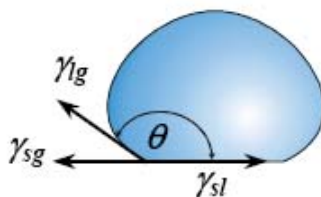
Mohou nastat tři případy:

a) pro $0 < \cos \theta < 1$ a kontaktní úhel $0^\circ < \theta < 90^\circ$... jedná se o **smáčení**, viz Obr. 3.4.



Obr. 3.4: Smáčení.

b) pro $-1 < \cos\theta < 0$ a kontaktní úhel $90^\circ < \theta < 180^\circ$... jedná se o **špatné smáčení až nesmáčení**, viz Obr. 3.5.



Obr. 3.5: Špatné smáčení až nesmáčení.

c) pro $\cos\theta = 1$ a kontaktní úhel $\theta = 0^\circ$... jedná se o **rozestírání**, viz Obr. 3.6.



Obr. 3.6: Rozestírání

Tab. 3.2: Rovnováha na rozhraní tří fází:

| | | |
|---------------------------------|---|--|
| $\theta = 0^\circ$ | dokonalé smáčení | tuhý povrch je lyofilní (např. křemen, sklo, oxidy a hydroxidy) |
| $0 < \theta < 90^\circ$ | kapalina tuhou látku dobře smáčí | tuhý povrch je lyofobní (např. pevné uhlovodíky a jejich fluorované deriváty, polymery, listy rostlin, kůže živočichů, chitinová pokrývka hmyzu) |
| $90^\circ < \theta < 180^\circ$ | kapalina tuhou látku špatně smáčí (nesmáčí) | |

Pro sférickou kapku byly mezi úhlem smáčení θ , výškou kapky h , a průměrem její základny D , popř. jejím objemem V , odvozeny vztahy

$$\frac{2h}{D} = \operatorname{tg} \frac{\theta}{2}, \quad (16)$$

popř.
$$\frac{D^3}{V} = \frac{24 \sin^3 \theta}{\pi (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta)} \quad (17)$$

Průměr kapky může být zjištěn v podobném uspořádání jako při přímém odečítání úhlu z profilu kapky. Kapka je zde však pozorována mikroskopem shora, snímána videokamerou, obraz digitalizován a vyhodnocen střední průměr základny kapky.

Analýza profilu kapky je založena na porovnání skutečného profilu kapky s teoretickým tvarem daným Laplaceovou rovnicí

$$\Delta p = \gamma \cdot \left(\frac{1}{R_1(x, y, z)} + \frac{1}{R_2(x, y, z)} \right) \quad (18)$$

kde kapilární tlak Δp i hlavní poloměry křivosti R_1 a R_2 jsou funkcemi polohy bodu povrchu kapky v prostoru. Obecné analytické řešení této rovnice je však značně obtížné.

3.4 MĚŘENÍ KONTAKTNÍHO ÚHLU NA VLÁKNECH A VLASCÍCH

K měření kontaktního úhlu na vláknech a vlascích se využívá Wilhelmyho principu rovnováhy, který se zabývá systémem smáčení jako podílu síly působící na vlákno a parametru vlákna. Měření kontaktního úhlu na vláknech je založeno na stejných principech jako měření kontaktního úhlu na desce.

Specialitou kontaktního úhlu na vlákně jsou **kontaminace povrchu vláken**. Vláknata jsou z výroby převrstvena lubrikanty a ostatními látkami, které usnadňují technologické zpracování. Preparace obsahují zejména: glycerin, kyselinu olejovou, silikony a koloidní oxid křemičitý.

Z hlediska stanovování kontaktních úhlů může být nečistotou jak vrstva skutečných nečistot, tak i vrstva modifikovaného povrchu (např. plazmou), nebo jiná cílená modifikace povrchu např. nanosením antiadhezivní vrstvy (typicky perfluoralkany, silikony). [10, 37]

Vždy je nutné uvážit, co je cílem experimentu. Zda stanovit kontaktní úhel na čistém povrchu polymeru, nebo na cíleně nanesené úpravě, nebo na vlákně se všemi nečistotami.

Při odstraňování nečistot je nutné dbát na to, aby nedošlo k poškození vláken příliš agresivními chemikáliemi, abychom na vlákna nepůsobili příliš vysokými teplotami (nebezpečí srážení, degradace, oxidace vzdušným kyslíkem).

3.4.1 Wilhelmyho vyvažovací metoda

Potřebný obvod vlákna se zjistí měřením s kapalinou o známém povrchovém napětí, která měřené vlákno dokonale smáčí. Průměr kapky je nepatrně větší než průměr vlákna a při pomalém otáčení vlákna podél jeho osy je možno zjistit rostoucí a ustupující úhel. Přímým měřením rostoucího i ustupujícího úhlu při protahování svislého vlákna středem kapky umístěné na prstenci malého průměru je možno stanovit úhel smáčení i z kapilární deprese způsobené vláknem plovoucím na hladině kapaliny; prakticky však není hloubka ponoření vlákna dostatečně velká na to, aby bylo dosaženo potřebné přesnosti.

3.4.2 Wilhelmyho princip rovnováhy

Při váhové metodě je využíván Wilhelmyho princip rovnováhy. Podle Wilhelmyho principu má síla působící na pevný vlasec ponořený do kapaliny velikost:

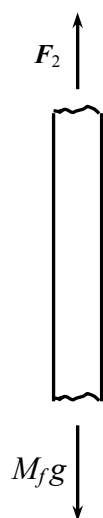
$$F = P\gamma_{lg} \cos \theta \quad (19)$$

V případě smáčení textilního vlákna je smáčivost systému definována jako podíl síly působící na vlákno a parametrů vlákna. Tento podíl byl nazván *adhezni napětí*, který se v literatuře často vyskytuje pod názvem *specifická smáčivost*. Je-li vztlaková síla F_b zanedbatelná, pak platí

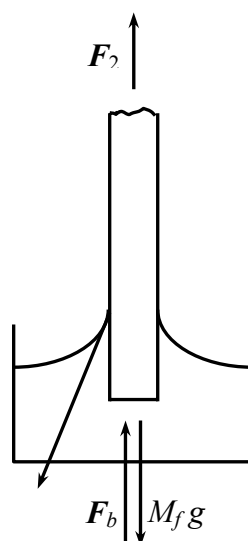
$$F_2 - F_b = P\gamma_{lg} \cos \theta \quad (20)$$

Metoda je jednoduchá, nelze ji však aplikovat na vlákna s malými průměry řádově desítek mikrometrů. Problémem zde zůstává velikost síly, působící a vztlínající na vlákno, která je u takto malých průměrů příliš nízká; dále experimentální uspořádání a příprava vzorku. Situace je znázorněna na Obr. 3.7.

vlákno zavěšené volně

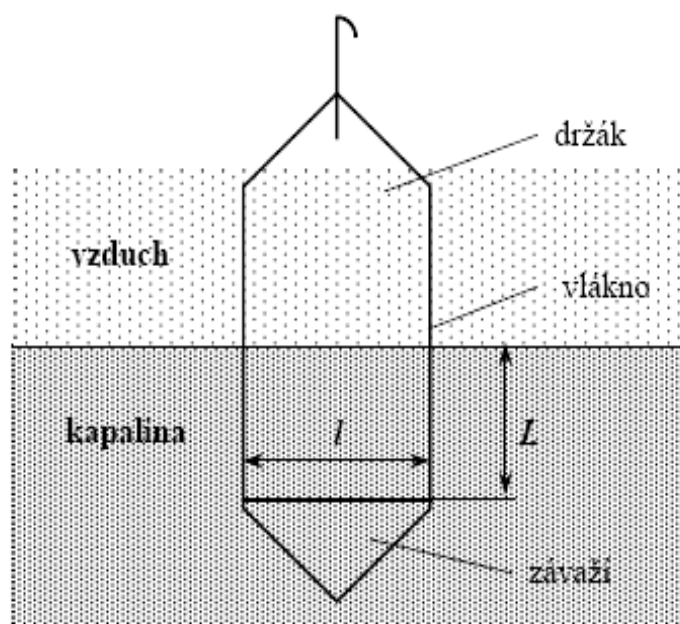


vlákno částečně ponořené



Obr. 3.7: Vertikální síly působící na zavěšené vlákno.

Lepší techniku představuje postup, při kterém je naopak využíváno vztlakové síly k určení adhezního napětí. Problémy s experimentálním uspořádáním však přetrvávají i u této metody, viz Obr. 3.8.



Obr. 3.8: Příklad uchycení pro nepoddajné materiály.

3.4.3 Měření úhlu vyvažováním Wilhelmyho destičky

Měření úhlu smáčení vyvažováním Wilhelmyho destičky je statická metoda, založená na měření síly potřebné k vyvážení rovné svislé destičky vnořené do kapaliny. Síla je měřena váhami vysoké citlivosti.

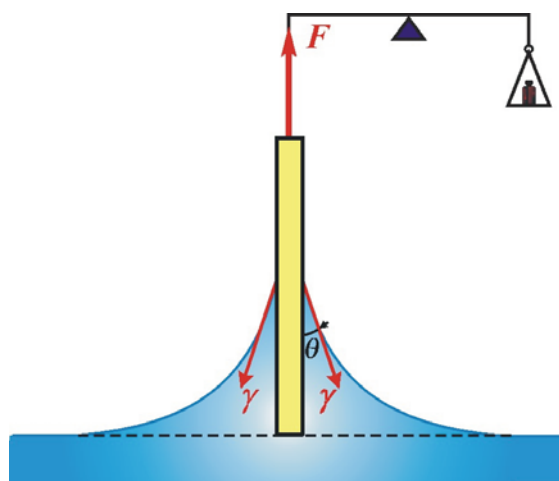
Pro destičku ponořenou do úrovně klidového rozhraní (viz Obr. 3.9) mezi silou F a úhlem smáčení θ platí:

$$F = L \cdot \gamma \cdot \cos \theta \quad (21)$$

kde L je obvod destičky. Při ponoření destičky do větší hloubky je třeba počítat s objemem kapaliny vytlačeným ponořenou částí destičky V , a pak platí

$$F = L \cdot \gamma \cdot \cos \theta - g \cdot V \cdot \Delta \rho \quad (22)$$

kde $\Delta \rho$ je rozdíl hustot obou tekutin a g je tíhové zrychlení.



Obr. 3.9: Destička ponořená do úrovně klidového rozhraní.

Při stanovení *postupujícího* úhlu smáčení se hladina kapaliny pomalu zvedá do takové výšky, aby nastal kontakt hladiny se spodním okrajem destičky.

Při stanovení *ustupujícího* úhlu smáčení se destička nejprve ponoří do určité hloubky a pak opět zvedne do počáteční polohy.

Metoda může být použita k měření kontaktního úhlu mezi tuhou, kapalnou a plynnou fází i mezi tuhou a dvěma kapalnými fázemi. Pokud je známo příslušné mezifázové napětí, může být metoda použita i pro stanovení povrchového napětí, a to v případě, je-li úhel smáčení nulový nebo známe jeho hodnotu.

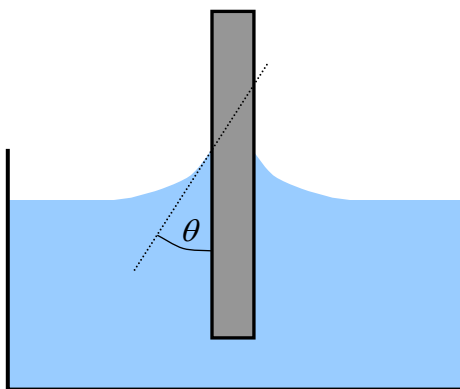
Statická Wilhelmyho metoda je zdánlivě jednoduchá, má však řadu omezení. Vysoká citlivost použitých vah může být využita pouze za předpokladu, že obvod destičky je konstantní po celé její výšce. Povrch destičky musí být homogenní jak po stránce složení, tak po stránce morfologické. Tato podmínka je někdy obtížně splnitelná.

Problémy může působit také bobtnání materiálu destičky při déle trvajících měřeních (mění se objem vytlačené kapaliny V) a adsorpce par kapaliny na různé části gravimetrického systému, což se může projevit při měření teplotní závislosti.

3.4.4 Přímé měření kontaktního úhlu na desce

Metoda je založena na měření výšky h , do níž vystoupí meniskus na svislém povrchu destičky, ponořené do kapaliny. Metoda může být použita ke stanovení hodnoty kontaktního úhlu mezi kapalinou (dvěma kapalinami) a tuhou fází, z které je možno připravit destičku, jejíž povrch je hladký, homogenní chemicky i morfologicky (viz Obr. 3.10).

Kontaktní úhel θ je pak měřen buď přímo mikroskopem, opatřeným goniometrickou stupnicí, na fotografii kapky, nebo lze snímat profil kapky kamerou a úhel smáčení vyhodnotit počítačem. K vyhodnocení kontaktního úhlu musí být známa hodnota povrchového (mezifázového) napětí pro stejné fázové rozhraní.



Obr. 3.10: Přímé měření kontaktního úhlu na desce.

Pro desku dostatečné šířky platí vztah (23), získaný integrací Laplaceovy-Youngovy rovnice

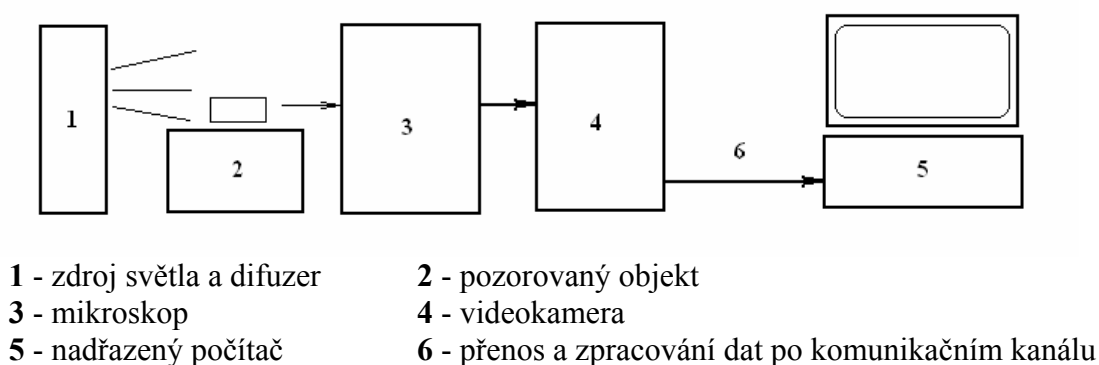
$$\sin \theta = 1 - \frac{\Delta \rho \cdot g \cdot h^2}{2 \gamma} \quad (23)$$

kde $\Delta \rho$ je rozdíl hustot kapaliny A a vrchní plynné nebo druhé kapalně fáze B , θ je úhel smáčení, h je výška, do níž vystoupí meniskus a γ povrchové, popř. mezifázové, napětí.

Přesnost metody závisí především na přesnosti určení výšky menisku. K tomu je používáno katetometru, který dovoluje stanovit rozdíl výšek s přesností asi $3 \cdot 10^{-3}$.

Metoda je zvláště vhodná pro měření kontaktního úhlu jako funkce rychlosti postupu nebo ústupu rozhraní a pro měření teplotní závislosti kontaktního úhlu.

Pro přímé měření úhlu byl dříve používán teleskop vybavený goniometrickým okulárem nebo byl úhel měřen z fotografie kapky. V obou případech však přesnost metody nebyla vysoká a značně závisela na zkušenostech experimentátora. V současnosti lze tuto metodu používat ve spojení s počítačem. Přesnost metody se díky počítačovému zpracování (viz schéma na Obr. 3.11) zvyšuje a lze očekávat stanovení θ s přesností okolo 1° .



Obr. 3.11: Schéma řazení prvků měřicí soustavy.

Při stanovení úhlu smáčení je třeba brát v úvahu hysterezi. Je proto nutné uvádět, zda měříme úhel postupující nebo ustupující [25, 35, 36].

3.4.5 Metoda přisedlé kapky

Pro zjištění kontaktního úhlu mezi kapalinou a povrchem plošného útvaru lze použít přímého odečtu kontaktního úhlu přisedlé kapky nebo výpočtu kontaktního úhlu z tvaru přisedlé kapky známého objemu [37]. V tomto případě se uvažuje, že kapka má tvar kulového vrchlíku nebo u větších kapek části rotačního elipsoidu.

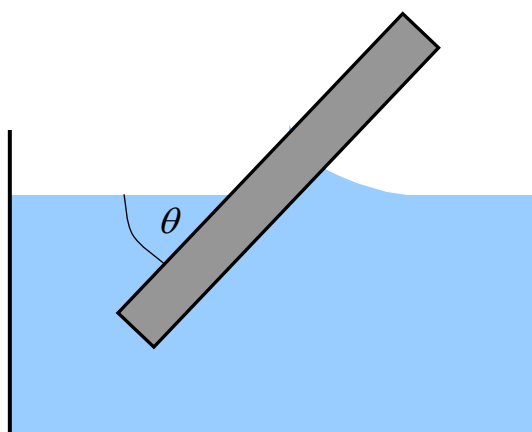
Povrchové nebo mezifázové napětí se zjišťuje porovnáním charakteristických geometrických parametrů přisedlé nebo visící kapky s tabelovanými hodnotami těchto parametrů, které byly získány numerickou integrací Laplaceovy rovnice.

Tato metoda je vhodná nejen pro kompaktní materiály, ale lze ji používat i pro plošné porézní materiály například textilního charakteru, které nejsou kapalinou smáčeny [38].

3.4.6 Metoda nakloněné desky

Jestliže je středně velká plocha rovného povrchu pevné látky přístupná, kontaktní úhly jsou obvykle měřeny přímo z průmětu přisedlé kapky kapaliny. Alternativně může být použita metoda nakloněné desky [33] zobrazená na Obr. 3.12.

Úhel sklonu desky je nastaven tak, aby povrch kapaliny na jedné straně desky byl dokonale vodorovný – nebyl zakřivený povrchovými silami. Z úhlu sklonu desky lze přímo vypočítat kontaktní úhel θ .



Obr. 3.12: Metoda nakloněné desky pro měření kontaktních úhlů.

3.5 POVRCHOVÁ ENERGIE A CHARAKTERISTIKY SMÁČIVOSTI

Zdrojem povrchové mezifázové energie (mezipovrchového napětí) jsou kohezní a adhezní síly [39]. Síly, které působí mezi molekulami téže látky se nazývají kohezní. Při vytvoření nového povrchu se koná práce proti těmto silám. Po oddělení molekul, které se původně dotýkaly na ploše 1 m^2 vzniknou dva nové povrchy, přičemž se práce dodaná soustavě rovná volné energii koheze A_k (24).

$$A_k = 2\gamma_{lg} \quad (24)$$

Mezi molekulami kvalitativně rozdílných látek působí adhezní síly. Volná energie adheze se potom definuje jako práce, která se musí vynaložit na vzdálení dvou látek, které se dotýkaly na jednotkové ploše.

Důsledkem vzájemného silového účinku mezi molekulami v povrchu pevné fáze a molekulami kapaliny je smáčení. Práce uvolněná při smáčení na povrchu 1 m^2 se číselně rovná volné energii adheze, ale s opačným znaménkem [7].

Důležitým parametrem pro posouzení smáčivosti pevného povrchu je roztírací koeficient S , který je definován následující rovnicí [15].

$$S = \gamma_{sg} - \gamma_{sl} - \gamma_{lg} \quad (25)$$

Podmínkou rozetření kapaliny na pevném povrchu je nerovnost $S > 0$. Příkladem této situace je např. styk vody s bavlněnou tkaninou. Obsah hydrofilních skupin v bavlněném vláknu představuje velkou energetickou nabídku a tím zde budou převládat síly adhezní a rozetření se uskuteční. Opakem je interakce vody s polypropylenem, což je povrch s nízkou povrchovou energií.

Z výše uvedených poznatků plyne, že povrchy lze obecně rozdělit na nízkoenergetické a vysokoenergetické. Experimentálně bylo stanoveno, že nízkoenergetické povrchy dosahují hodnot $5 - 50 \text{ Jm}^{-2}$, u vysokoenergetických povrchů jsou tyto hodnoty o dva řády vyšší [40].

Při interakci kapaliny určité polarity s pevnou látkou je volná energie na tomto mezifázi rovna γ_{sl} . Původní povrchová energie před umístěním kapky poklesne o hodnotu $\gamma_{lg} + \gamma_{gs}$, protože zanikly vzdušné blány, které dosud zakrývaly jak kapalinu, tak původní pevnou fázi.

Při umístění kapky na tomto povrchu se vykoná práce W označovaná jako práce adhezní [41, 42, 43], daná vztahem

$$W = \gamma_{lg} + \gamma_{sg} - \gamma_{sl} \quad (26a)$$

Kvantitativně se adhezní práce vyjadřuje vztahem

$$W = \gamma_{lg} (1 + \cos \theta) , \quad (26b)$$

který vychází z rovnic (15) a (26a).

Je-li úhel smáčení θ ostrý, průmět γ_g spadá do směru γ_{sl} a obě síly se sčítají. Za těchto podmínek kapalina smáčí povrch pevné fáze. Povrchy pevných látek se smáčí lépe kapalinami s nízkým povrchovým napětím. Pokud je úhel smáčení tupý, potom součin $\cos \theta \cdot \gamma_{gl}$ má zápornou hodnotu a uvedená kapalina nesmáčí pevný povrch.

3.5.1 Metody výpočtu povrchové energie pevné látky

Povrchová energie pevné látky se nedá měřit žádnou přímou metodou. Vznikla řada nepřímých metod, které umožňují povrchovou energii stanovit. Patří k nim statická metoda [44], harmonická metoda [45], geometrická metoda [21], stanovení kritického povrchového napětí aj. První dvě uvedené metody vykazují poměrně dobré výsledky, u třetí metody jsou výsledky variabilní s malými hodnotami odchýlení.

3.5.1.1 Statická metoda podle Gooda a Girifalca

Tato metoda umožňuje vypočítat kritické povrchové napětí ze známých hodnot kontaktních úhlů a povrchového napětí testovací kapaliny. Kritické povrchové napětí zde představuje odhad povrchové energie vlákna, vztah je uveden níže.

$$\gamma_c = \frac{1}{4} (1 + \cos \theta)^2 \gamma_{lg} \quad (27)$$

Prakticky se hodnota kritického povrchového napětí γ_c stanoví s několika testovacími kapalinami, přičemž výsledné γ_c představuje maximum z těchto hodnot [44].

3.5.1.2 Harmonická metoda podle Wu

U této metody je nutné stanovit kontaktní úhly testované pevné látky se dvěma kapalinami [32]. Povrchová energie pevné látky se vypočítá podle rovnic (28) a (29).

$$(1 + \cos \theta_1) \gamma_{lg1} = 4 \left(\frac{\gamma_{lg1}^d \gamma_s^d}{\gamma_{lg1}^d + \gamma_s^d} + \frac{\gamma_{lg1}^n \gamma_s^n}{\gamma_{lg1}^n + \gamma_s^n} \right) \quad (28)$$

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{lg2} = 4 \left(\frac{\gamma_{lg2}^d \gamma_s^d}{\gamma_{lg2}^d + \gamma_s^d} + \frac{\gamma_{lg2}^n \gamma_s^n}{\gamma_{lg2}^n + \gamma_s^n} \right) \quad (29)$$

Vztah mezi disperzní a nedisperzní složkou povrchové energie je znázorněn rovnicí

$$\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^n. \quad (30)$$

Pro jednotlivé složky povrchového napětí diiodmethanu platí:

- disperzní část $\gamma_s^d = 0,0508 \text{ N.m}^{-1}$
- nedisperzní část $\gamma_s^n = 0,00 \text{ N.m}^{-1}$

Pro povrchové napětí destilované vody platí:

- celkové povrchové napětí $\gamma_{LG2} = 0,0728 \text{ N.m}^{-1}$,
- disperzní část $\gamma_{LG2}^d = 0,026 \text{ N.m}^{-1}$,
- nedisperzní část $\gamma_{LG2}^n = 0,0468 \text{ N.m}^{-1}$

Při odvození vzorců pro výpočet povrchového napětí používaných v experimentální části vycházíme ze vztahu (28). Pro diiodmethan platí, že $\frac{\gamma_{LG1}^n \cdot \gamma_s^n}{\gamma_{LG1}^n + \gamma_s^n} = 0$. Po dosazení do

(28) můžeme psát

$$(1 + \cos \theta_1) \gamma_{LG1} = 4 \left(\frac{\gamma_{LG1}^d \cdot \gamma_s^d}{\gamma_{LG1}^d + \gamma_s^d} \right)$$

$$\gamma_s^d = \frac{4\gamma_{LG1}^d \cdot \gamma_s^d}{(1 + \cos \theta_1) \cdot \gamma_{LG1}} - \gamma_{LG1}^d$$

$$\gamma_s^d = \frac{\gamma_{LG1}^d}{\frac{4\gamma_{LG1}^d}{(1 + \cos \theta_1) \gamma_{LG1}^d} - 1}$$

$$\gamma_s^d = \frac{\gamma_{LG1}^d (1 + \cos \theta_1)}{3 - \cos \theta_1}$$

Pro destilovanou vodu vycházíme ze vztahu (29).

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} - 4 \frac{\gamma_{LG2}^d \cdot \gamma_s^d}{\gamma_{LG2}^d + \gamma_s^d} = 4 \frac{\gamma_{LG2}^n \cdot \gamma_s^n}{\gamma_{LG2}^n + \gamma_s^n}$$

$$(\gamma_{LG2}^n + \gamma_s^n) \left((1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} - 4 \frac{\gamma_{LG2}^d \gamma_s^d}{\gamma_{LG2}^d + \gamma_s^d} \right) = 4 \gamma_{LG2}^n \gamma_s^n$$

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} \cdot \gamma_{LG2}^n - 4 \frac{\gamma_{LG2}^d \cdot \gamma_s^d}{\gamma_{LG2}^d + \gamma_s^d} \cdot \gamma_{LG2}^n + (1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} \cdot \gamma_s^n - 4 \frac{\gamma_{LG2}^d \cdot \gamma_s^d}{\gamma_{LG2}^d + \gamma_s^d} \gamma_s^n = 4 \gamma_{LG2}^n \gamma_s^n$$

Odtud po dosazení známých hodnot získáme obdobný vztah pro γ_s^n .

3.5.1.3 Geometrická metoda podle Fowkese

Podobně jako u harmonické metody i u této metody je nutné stanovit kontaktní úhly testované pevné látky se dvěma kapalinami. Povrchová energie se vypočítá podle rovnic (31) a (32). [21] Pro celkovou povrchovou energii platí již dříve uvedený vztah (30).

$$(1 + \cos \theta_1) \gamma_{LG1} = 2 \left(\sqrt{\gamma_{LG1}^d \cdot \gamma_s^d} + \sqrt{\gamma_{LG1}^n \cdot \gamma_s^n} \right) \quad (31)$$

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} = 2 \left(\sqrt{\gamma_{LG2}^d \cdot \gamma_s^d} + \sqrt{\gamma_{LG2}^n \cdot \gamma_s^n} \right) \quad (32)$$

Konkrétně pro diiodmethan vycházíme při odvození vzorce pro výpočet povrchového napětí ze vztahu (31). Pro náš případ platí, že $\sqrt{\gamma_{LG1}^n \cdot \gamma_s^n} = 0$ a vztah (31) lze upravit na

$$(1 + \cos \theta_1) \gamma_{LG1} = 2 \sqrt{\gamma_{LG1}^d} \cdot \sqrt{\gamma_s^d}$$

a odtud

$$\gamma_s^d = \left(\frac{(1 + \cos \theta_1) \cdot \gamma_{LG1}}{2 \sqrt{\gamma_{LG1}^d}} \right)^2.$$

Pro destilovanou vodu při odvození vztahu pro γ_s^n vycházíme ze vztahu (32), odkud plyne

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} = 2 \sqrt{\gamma_{LG2}^d \gamma_s^d} + 2 \sqrt{\gamma_{LG2}^n \gamma_s^n}$$

$$(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} - 2 \sqrt{\gamma_{LG2}^d \gamma_s^d} = 2 \sqrt{\gamma_{LG2}^n \gamma_s^n} \cdot \sqrt{\gamma_s^n}$$

$$\gamma_s^n = \left(\frac{(1 + \cos \theta_2) \gamma_{LG2} - 2 \sqrt{\gamma_{LG2}^d \gamma_s^d}}{2 \sqrt{\gamma_{LG2}^n}} \right)^2.$$

3.6 MEZIFÁZÍ A JEHO POVRCHOVÁ ENERGIE

Základním parametrem popisujícím mezifázi (mezní plochy) je povrchová energie. U kapalin ji nazýváme povrchovým napětím a lze ji zjistit již popsány metodami.

Pro stanovení povrchové energie pevných látek neexistuje přímá metoda. V této kapitole jsou popsány metody jejího stanovení [47].

3.6.1 Kritické povrchové napětí smáčivosti γ_c

Rovnováha smáčivosti, zjištěná pracemi Zismanna a ost. [17, 18, 50] obnovila znovu zájem. Zismann ukázal, že souvislost mezi povrchovým napětím kapaliny γ_{lg} a smáčecím úhlem θ na povrchu pevné látky obnáší menší specifickou volnou energii, než je energie příslušné kapaliny.

Uvnitř homologické řady kapalin ubývá krajový úhel u jedné a téže pevné látky s ubývajícím povrchovým napětím kapaliny. Když se vynese povrchové napětí kapaliny proti kosinu smáčecího úhlu, obdrží se přibližně přímka [48].

Ve svých dřívějších pracích napsal Zismann, že každá homologická řada kapalin má u jedné a téže pevné látky jiný průběh. Přímký se musí protínat v jednom bodě s ordinátou $\cos \theta = 1$. Souřadnice těchto specifických bodů pevných látek byla označena jako kritické povrchové napětí smáčení γ_c pevných látek.

V novějších pracích, např. [18], Zismann odvodil, že měřicí body nehomologické kapaliny leží uvnitř jistého pásu a hodnota γ_c je tedy neostrá. Měřené údaje kapalin s relativně nízkým povrchovým napětím neleží na zjištěné přímce, která odpovídá kapalinám s relativně nízkým povrchovým napětím, nýbrž se posunují k větším hodnotám $\cos \theta$. Toto vysvětlil Zismann jako působení vodíkových můstků kapalin s vyšším povrchovým napětím, např. u vody.

3.6.2 Identifikace kritického povrchového napětí

Kritické povrchové napětí představuje mezní energetickou veličinu pevných látek a lze předpokládat, že se nebude příliš odlišovat od povrchové energie pevné látky γ_s . Tvrzení (33) učinili Gray [34, 35] a Wolfram [51] téměř současně.

$$\gamma_c = \gamma_s \quad (33)$$

Wolfram vyšel z pravidla Antonova (34),

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lg} - \gamma_s \quad (34)$$

které má být platné pro případ právě začínajícího rozložení, tzn. pro $\theta = 0$, takže podle Youngova vztahu vyplývá

$$\gamma_{sl} = \gamma_s - \gamma_{lg} . \quad (35)$$

Porovnání vztahů (34) a (35) podává důkazy v případě $\gamma_{sl} = 0$, kdy je $\gamma_{lg} = \gamma_s$. Rovnice (35) však může platit jen tehdy, když je smáčecí úhel nulový a tím je identicky i γ_{sl} nulové.

Gray vycházel z analýzy Zismannovy přímky.

$$\cos \theta = 1 + k(\gamma_c - \gamma_{lg}) \quad (36)$$

kde k znázorňuje vzestup (směrnici) přímky.

4. CÍL

Cílem této diplomové práce je:

- vývoj optické metody pro měření kontaktního úhlu na elementárních vláknech
- vývoj gravimetrické metody měření kontaktního úhlu na elementárních vláknech
- stanovení povrchových energií vybraných druhů textilních vláken
- porovnání výsledků kontaktních úhlů a povrchových energií určených optickou a gravimetrickou metodou

5. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část se zabývá dvěma na sobě nezávislými metodami měření kontaktního úhlu syntetických vláken, porovnáním výsledků kontaktních úhlů a povrchových napětí určených optickou a gravimetrickou metodou.

Při měření vláken menších průměrů gravimetrickou metodou řízenou krokovým motorem se přesáhla citlivost používaných vah, proto byla nakonec pro měření zvolena syntetická vlákna větších průměrů (PES, PE, POP, PAD), čímž bylo docíleno měření v intervalu citlivosti vah.

Pro optickou metodu byla zvolena syntetická elementární vlákna tohoto materiálového zastoupení: PES různých jemností, PAD, PAN z důvodu jejich různé chemické podstaty a pro jejich časté použití v textilním průmyslu. Další řada měření pomocí optické metody byla provedena i na materiálech, které již byly použity při řízené gravimetrické metodě.

Pro pokusy byly zvoleny dvě kapaliny – destilovaná voda a dijodmethan – pro své zcela odlišné vlastnosti a různé působení na zvolené materiály.

Všechna měření probíhala za teploty okolí 23 – 25 °C a relativní vlhkosti vzduchu do 70 %.

Všechny získané výsledky z měření a vypočtené hodnoty byly navzájem porovnány mezi sebou a s již publikovanými hodnotami.

5.1 POUŽITÉ MATERIÁLY

Při provádění experimentů bylo použito několik druhů syntetických vláken a vlasců, jejichž názvy a základní parametry jsou uvedeny v Tab. 5.1 a Tab. 5.2.

Fotografie vybraných druhů vláken pořízené na elektronovém mikroskopu TESCAN jsou uvedeny v příloze této práce.

Tab. 5.1: Použitá textilní vlákna.

| Materiál | | Jemnost [dtex] | Průměr [μm] |
|----------|-----|-------------------|----------------|
| Vlákno | PES | 3,00 | 17,2 |
| | PES | 6,70 | 26,2 |
| | PES | 11,0 | 32,6 |
| | PAD | 2,80 | 10,4 |
| | PAN | 7,50 | 25 |

Poznámka:

Pro jednoduché odlišení jsou PES vlákna dále v práci uváděna s číslem jemnosti.

Tab. 5.2: Použitá textilní vlasce.

| Materiál | | Jemnost [ktex] | Průměr [mm] |
|----------|-----|-------------------|----------------|
| Vlasec | PES | 0,906 | 0,87 |
| | PAD | 3,912 | 2,00 |
| | PE | 0,185 | 0,44 |
| | POP | 0,056 | 0,18 |

Výběr vláken byl směřován k cíli získat rozdíly z hlediska povrchové struktury, která ovlivňuje proces smáčení. Po geometrické stránce měla všechna vybraná vlákna kruhový tvar průřezu, aby rozdíly materiálů byly pouze v povrchových charakteristikách.

5.1.1 Příprava vlákenného materiálu extrakcí

Vlákenný materiál (viz Tab. 5.1) byl podroben extrakci na Soxhletově přístroji. Extrakce se prováděla za účelem odstranění nepolárních látek (nečistot). Pro odstranění těchto nepolárních látek byl použit chloroform jako jejich rozpouštědlo. Extrakce proběhla v osmi cyklech. Takto upravená vlákna pak byla připravena k provádění experimentů.

5.1.2 Příprava vlasců

Fixace vlasců

Vzhledem k tomu, že vlasce byly deformovány dle finálního tvaru předlohy, bylo nutné provést před samotným měřením fixaci vlasců. Pro zvolené gravimetrickou metodu je nutné zajistit, aby se jednotlivá vlákna nořila do kapaliny kolmo. Fixační teplota a doba působení zvýšené teploty byly odvozeny od teplot tání jednotlivých druhů vlasců (viz Tab. 5.3).

Tab. 5.3: Fixace vlasců.

| Materiál | Teplota fixace [°C] | Doba působení fixace [sec] |
|----------|---------------------|----------------------------|
| PES | 190 | 120 |
| PAD | 140 | 120 |
| POP | 80 | 60 |
| PE | 110 | 60 |

Pro zajištění změny tvaru vlasce na rovné úseky byly použity k návinu hliníkové destičky (rozměru 10×15 cm). Jednotlivé vlasce byly navinuty s mezerami (cca 5 - 7 mm), aby nedocházelo při zvýšené fixační teplotě ke spojení jednotlivých vlasců.

Postup:

- návin na hliníkovou destičku
- vložení do předem předehřáté laboratorní pícky, teplota a doba působení fixace se rozlišuje dle použitého materiálu (viz Tab. 5.2).
- vyjmutí destičky s vlascem z laboratorní pícky
- samovolné ochlazení v prostředí laboratoře na teplotu okolí (cca 23 °C)
- sejmutí vlasce z destičky po jeho vychladnutí

Takto připravený vlasec v zafixovaném tvaru byl připraven na následnou operaci řezání.

Řezání vlasců

Před odstraněním preparací z povrchu vlasců byly vlasce nařezány na požadovanou délku podle vzdálenosti mezi vodící tyčí s upínací svorkou a hladinou kapaliny v kyvetě, v našem případě se jednalo o délku vlasce 4 cm.

Řez byl proveden tak, aby nedošlo k celkové deformaci konce vlasce, aby změny tvaru průřezu vlasce a ořep byly minimální. Řez bylo nutné vést otáčivým pohybem vlasce, aby se zamezilo tvorbě ořepu na jeho konci.

Praní vlasců

Po celou dobu praní vlasců je nutné dodržovat absolutní čistotu metody, tzn. manipulovat se vzorky bez doteku rukou, pouze pinzetou, aby nedošlo k opětovnému nanesení nežádoucích preparací a nečistot na povrch materiálu.

Jako textilní pomocný přípravek (TPP) byl použit *Duopon 40* - účinný čisticí, detašovací, prací a smáčecí přípravek do 60°C anionaktivního charakteru; směs tenzidů s přídavkem netoxických organických rozpouštědel, výrobce ENASPOL a. s., Ústí n. L.

Postup:

- praní v 2 g/l Duoponu 40, po dobu 10 minut při 40 °C
- oplachy (3 minuty pod tekoucí studenou vodou, 3× praní v destilované vodě po dobu 5 minut při 40 °C)
- sušení vlasců ve filtračním papíře
- ponoření vlasců na 3 sekundy do chloroformu
- opětovné sušení ve filtračním papíře

5.2 POUŽITÉ KAPALINY

Jako testovací kapaliny byly zvoleny *destilovaná voda* a *dijodmethan*. Důvodem této volby testovacích kapalin je jejich variabilita z hlediska poměru disperzní a nedisperzní složky povrchového napětí.

Vlastnosti destilované vody jsou zárukou, že nezmění povrchové vlastnosti zvolených materiálů. Patří mezi polární kapaliny a její povrchové napětí má hodnotu $0,0728 \text{ N.m}^{-1}$.

- disperzní složka povrchového napětí $0,026 \text{ N.m}^{-1}$,
- nedisperzní složka povrchového napětí $0,0468 \text{ N.m}^{-1}$.

Pro zjednodušení výpočtů celkového povrchového napětí byla použita kapalina s pouze disperzní složkou povrchového napětí - dijodmethan, s hodnotou povrchového napětí $0,0508 \text{ N.m}^{-1}$, nedisperzní složka je nulová a proto z rovnic (31, 32, 33) odpadl člen týkající se nedisperzní složky dijodmethanu.

- disperzní složka povrchového napětí $0,0508 \text{ N.m}^{-1}$,
- nedisperzní složka povrchového napětí $0,00 \text{ N.m}^{-1}$.

5.3 PODÉLNÉ A PŘÍČNÉ ŘEZY VLÁKEN A VLASCŮ

Pro posouzení členitosti povrchu zvolených materiálů pomocí podélných a příčných řezů (viz Příloha) byl použit elektronový mikroskop VEGA, firmy TESCAN s.r.o., Brno.

Mikroskop se skládá ze čtyř základních částí: fyzikální část, elektronika, počítač a software. Fyzikální část mikroskopu obsahuje tubus, komoru s manipulátorem a detektory, vakuový systém. Ve fyzikální části mikroskopu vzniká obraz povrchu vzorku. Je zde formován a vychylován fokusovaný elektronový svazek, který pak dopadá na povrch zkoumaného vzorku umístěného v komoře mikroskopu. Vzorek je polohován pomocí manipulátoru.



Rastrovací elektronový mikroskop zobrazuje zkoumaný objekt pomocí tenké elektronové sondy, kterou formuje a rozmítá tubus mikroskopu. Většina zobrazovacích vlastností mikroskopu závisí na parametrech této elektronové sondy: velikosti elektronové stopy, aperturním úhlu a proudu v sondě. Velikost stopy určuje rozlišení mikroskopu a tím i maximální zvětšení použitelné při zachování ostrosti obrazu. Většinou se předpokládá, že stopa je kruhová. Pokud by neexistovaly vady zobrazování, je velikost stopy určena v podstatě velikostí zdroje elektronů a jeho zmenšením. V praxi je velikost stopy zvětšena zobrazovacími vadami poslední čočky neboli objektivu. Vady objektivu klesají se zkracující se pracovní vzdáleností [11].

Postup:

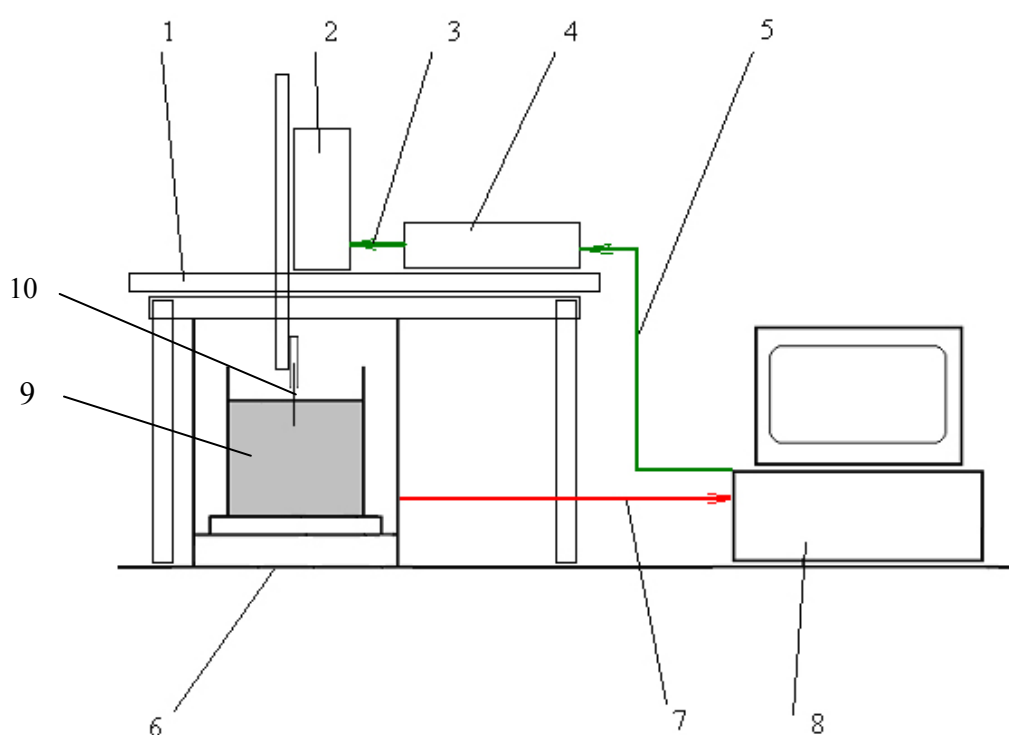
- příprava preparátu – naprášení vlasce 8karátovým technickým zlatem pro úspěšný přechod elektronů při snímání a ztvrdění preparátu v přístroji Au SCD 030, REM VEGA;
- vložení preparátů do komory ve spodní části měřicího zařízení;
- vakuové uzavření komory s preparáty;
- rozžhavení katody v horní části tubusu;
- prolétávání elektronů anodou kruhového tvaru do optických čoček (čočky regulují množství elektronů, postupně svazek elektronů prodlužují a ztenčují);
- dopad svazků primárních elektronů na preparát (přímo dopadají na preparát a signál nesoucí informaci se rovnou znázorňuje na snímku);
- rozptýlení vychylovací cívkou elektronů na dopad k preparátu → využití zpětně odražených elektronů na pořízení snímku (elektrony dopadnou a odráží se).

Pro jiné obrazové analýzy se používají sekundární svazky elektronů, které v našem případě nejsou vhodné, protože není docíleno takového zaostření obrazu.

5.4 GRAVIMETRICKÁ METODA ŘÍZENÁ KROKOVÝM MOTOREM

Tato metoda využívá Wilhelmyho principu rovnováhy (podrobně popsán v Kap. 3.4.2). Posuv vlákna do kapaliny a opět nad hladinu kapaliny je zde řízen krokovým motorem, který má v paměti uloženou konstantní hloubku ponoru. Váha je propojena s počítačovým programem, který byl pro tuto metodu vytvořen na FM TUL.

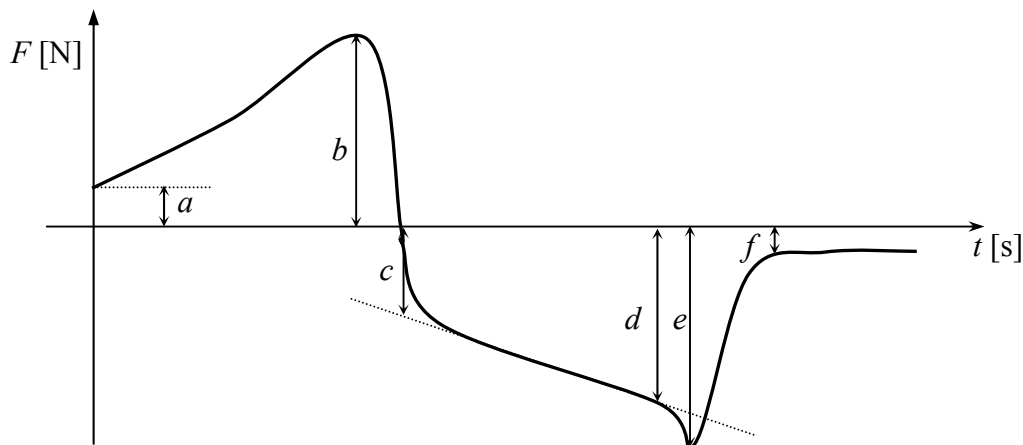
Časový interval snímání celého cyklu pokusu byl nastaven na 1 minutu. Zaznamenává se celý průběh a z hodnot je možné odečíst veškeré změny hmotnosti. Celá situace je popsána na Obr. 5.1.



- 1 - nosná konstrukce se skleněnou deskou
- 2 - zařízení pro mikroposuv s krokovým motorem a vodící tyčí
- 3 - propojení řídicí desky a krokového motoru
- 4 - řídicí deska s mikrokontrolerem
- 5 - komunikační kanál RS232 – signál ovládající pohyb krokového motoru
- 6 - digitální váhy
- 7 - komunikační kanál RS232 – signál vstupující do počítače
- 8 - nadřazený počítač
- 9 - kapalina
- 10 - měřené vlákno

Obr. 5.1: GM - schéma rozmístění jednotlivých částí zařízení.

Ideální průběh cyklu měření řízenou gravimetrickou metodou krokovým motorem znázorňuje graf nakreslený na Obr. 5.2



- a ... síla odpovídající postupujícímu (vnořovacímu) kontaktnímu úhlu
- b ... síla odpovídající postupujícímu (vnořovacímu) kontaktnímu úhlu a maximálnímu vztlaku kapaliny
- c ... síla odpovídající ustupujícímu (vynořovacímu) kontaktnímu úhlu a maximálnímu vztlaku kapaliny
- d ... síla odpovídající ustupujícímu (vynořovacímu) kontaktnímu úhlu
- e ... maximální síla; odpovídá nulovému kontaktnímu úhlu
- f ... síla odpovídající množství kapaliny zadržené na vlasci a odpařené kapaliny

Obr. 5.2: Ideální průběh cyklu měření gravimetrickou metodou řízenou krokovým motorem

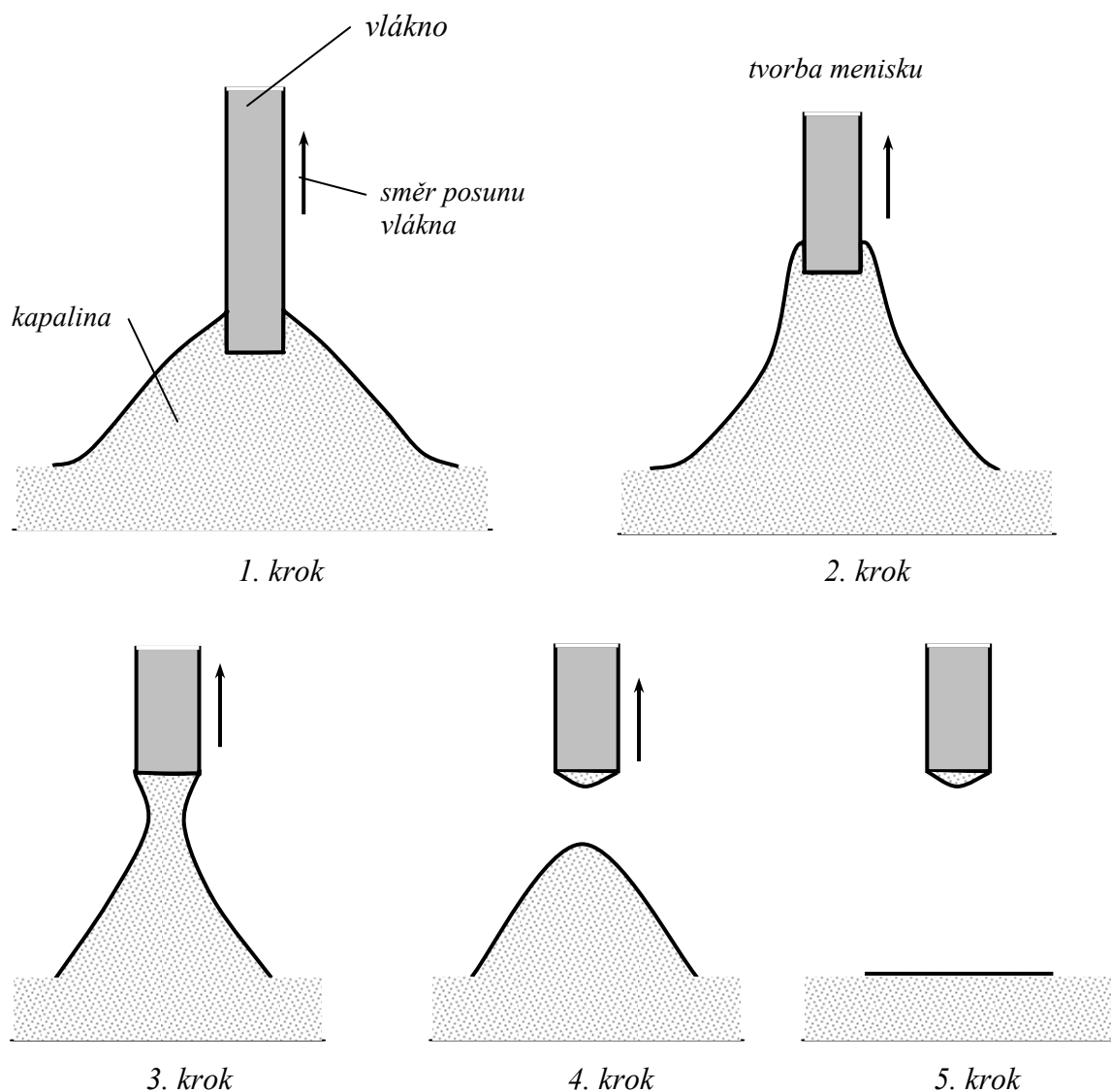
V grafu znázorňujícím ideální průběh cyklu měření označuje kóta a **postupující** (vnořovací) **kontaktní úhel** mezi vláknem a kapalinou, kóta d označuje **ustupující** (vynořovací) **kontaktní úhel** mezi vláknem a kapalinou. Kosiny těchto úhlů vypočteme dle vztahů

$$\cos \theta = \frac{m_a \cdot g}{l_v \cdot \gamma_l}, \quad (37)$$

resp.

$$\cos \theta = \frac{m_d \cdot g}{l_v \cdot \gamma_l} \quad (38)$$

Jednotlivé fáze grafu znázorňují postupný posun vlákna z kapaliny, tvorbu menisku kapaliny s vláknem a následné odtržení kapaliny od vlákna v nejužším místě menisku až po závěrečné zklidnění hladiny (viz Obr. 5.3). Takto vždy na vlákně ulpí kapka kapaliny použité při pokusu.



Obr. 5.3: Tvorba menisku kapaliny s vláknem a následné odtržení kapaliny od vlákna

Z průběhů jednotlivých měření gravimetrickou metodou řízenou krokovým motorem byly odečítány hmotnostní hodnoty m_a až m_f podle grafu znázorňujícího ideální průběh cyklu měření (viz Obr. 5.2). Tyto hodnoty pak sloužily jako podklad pro výpočet kontaktních úhlů.

Pro následné porovnání výsledků měření s optickou metodou se používaly pouze **vynořovací kontaktní úhly**, protože čas setrvání vlákna v kapalině při měření tohoto úhlu byl pro obě metody téměř shodný (cca 1 min).

5.4.1 Popis měřicího zařízení

Pro gravimetrickou metodu řízenou krokovým motorem byly určeny velmi přesné digitální váhy KERN 770 GJ, které jsou určeny k provozu v laboratorních podmínkách. Umožňují velké množství funkcí, jako je volba použitých jednotek hmotnosti, automatickou kalibraci a další. Pro komunikaci s PC nebo pro tisk naměřených hodnot na tiskárně jsou váhy vzadu opatřeny standardním „devítipinovým“ sériovým portem RS232.

Pro lepší izolaci měřeného vzorku od prostředí jsou vybaveny snímatelným skleněným rámem. Pro snadný přístup ke vzorku lze dvě stěny a horní část krytu vah odsunout.

Vlastní vážení, kalibrace a nastavování jednotek se provádí pomocí šesti tlačítek na předním panelu přístroje. Tento postup není příliš uživatelsky přístupný, protože je nutné při nastavování hledat příslušné kódy v manuálu. S pomocí manuálu lze nastavit různé vlastnosti - úroveň zamezení vibrací z okolního prostředí, zobrazování dat na displeji, použité jednotky hmotnosti, spouštění aplikačních programů, dále nastavení sériové linky a formátu výstupních dat.

Velký problém před samotným měřením nastal při pokusu připojit váhy k počítači, protože výrobce udává výstupní port RS232 jako 9tipinový, ovšem ve skutečnosti se jednalo o port 27mipinový. Periferie tohoto typu vah je celkově zastaralá a není kompatibilní s typy výstupů výpočetní techniky, užívané v současnosti. Problém také nastal při poškození propojovacího kabelu, který není na trhu běžně dostupný. Výroba nového se provádí pouze na zakázku u dodavatele vah a tím došlo k velkému časovému zdržení. Další rozdíly jsou uvedeny v tabulce 5.4.

Tab. 5.4: Srovnání údajů udávaných výrobcem se skutečností.

| Vlastnost | Výrobce | Realita |
|---------------------------|-----------|------------|
| Počet pracovních bitů | 8 | 7 |
| Standardní výstup RS232 | 9tipinový | 27mipinový |
| Řízení toku | neuvádí | hardwarové |
| Přenosová rychlost [Baud] | 9600 | 1200 |

Poznámka:

Baud je dřívější jednotka používaná pro měření rychlosti přenosu dat, udává počet změn signálu za sekundu. V moderních počítačových systémech se dnes používá jako základní jednotka informace jeden bit (nabývá hodnoty 0 nebo 1). Do jedné signálové změny lze zakódovat i více než jeden bit, a proto nelze slučovat pojem bps (bits per second = bity za sekundu) s pojmem baud.

*Jednotka baud je pojmenována po Jean-Maurice-Émile Baudotovi (*1845 - †1903).*

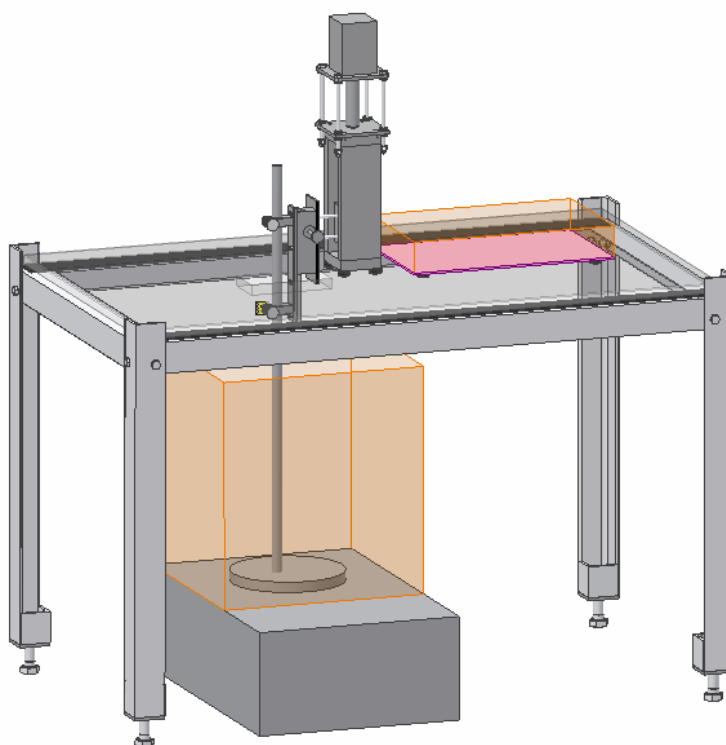
Samotné nastavení přenosových parametrů není v návodu vah příliš zmiňováno. Po zadání vstupního kódu je nutno tlačítkem *TARE*, dlouhým stisknutím volbu potvrdit. Správné nastavení je identifikováno zobrazením kolečka vedle vstupního kódu, jinak se nastavení neuloží a je možné za daných podmínek provést pouze jedno měření.

Daný typ vah je vhodný pro práci se silnějšími vlasci, nehodí se však na měření jemnějších vláken. Omezujícím faktorem je v tomto případě nejen nízká citlivost, ale i malý počet desetinných míst, na které se měření provádí.

5.4.2 Zařízení na posuv vlákna

V tomto odstavci je popsán vývoj gravimetrické metody měření kontaktního úhlu na elementárních vláknech a jeho prověření laboratorním měřením.

Původní návrh vylepšení je uveden v práci [27]. Simulace prostorového rozmístění odhalila případné nedostatky původního návrhu, slabá místa konstrukčního řešení i samotný stupeň realizovatelnosti v praxi. První bod návrhu řešení spočíval v novém rozmístění jednotlivých objektů a jejich vzájemného propojení (viz schéma zapojení na Obr. 5.1). Novým prvkem soustavy se dále stalo řízení krokového motoru počítačem.

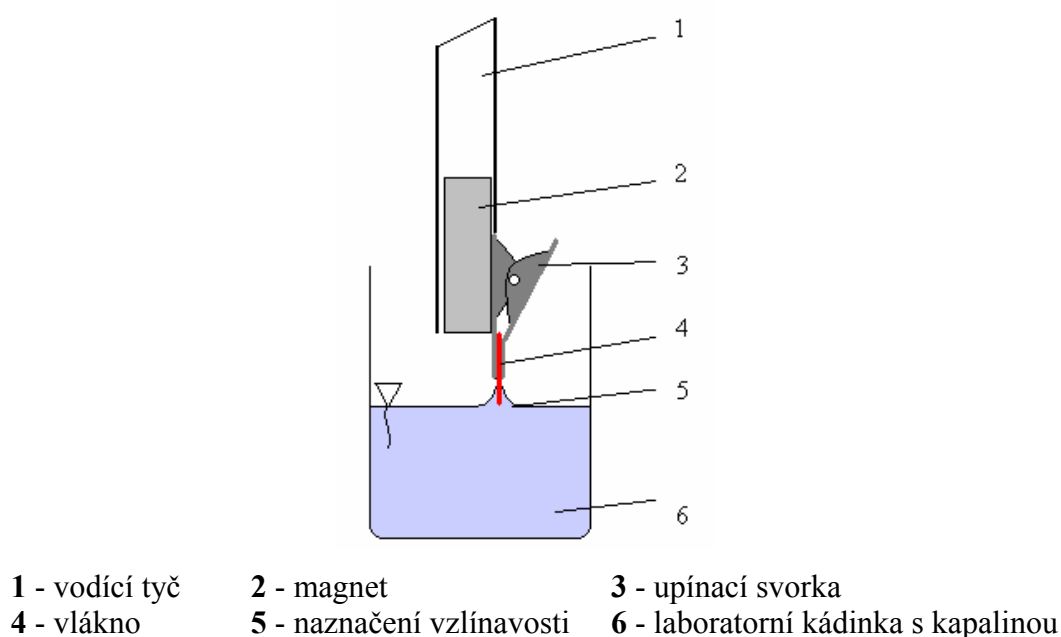


Obr. 5.4: Zařízení na posuv vlákenných materiálů.

Soustava se skládá ze samostatného nosného ocelového stolku robustní konstrukce s nastavitelnou výškou, na němž je připevněna průhledná skleněná deska. Sklo bylo zvoleno pro vynikající vlastnosti (antistatičnost, vysoká pevnost, zároveň odolnost vůči poškrábání a chemickým látkám), díky své průhlednosti zajišťuje dobrou pozorovatelnost experimentu i při pohledu shora. Zároveň bezpečně odděluje citlivé elektronické zařízení a chrání jej před stykem s nebezpečnými výpary.

Posouvající se vzorek je uchycen pomocí vodící tyče, která prochází otvorem vyříznutým ve skleněné desce. Na nosnou skleněnou desku je připevněna komora pro realizaci mikroposuvu s pohonnou jednotkou krokového motoru, dále deska s elektronickými obvody a mikrokontrolerem pro řízení pohonné jednotky a také ochranné krytování celého zařízení plexisklovými deskami. Hlavní část vodící tyče je vyrobena z duralu o průměru 10 mm. Upínací zařízení se vzorkem je k této tyči uchyceno pomocí magnetu. Pro dokonalé odrušení a odizolování magnetických účinků je spodní část tyče vyrobena z PVC. Horní duralová část je uchycena do posuvného zařízení. Obě části jsou lehké, spojené šroubovým spojem.

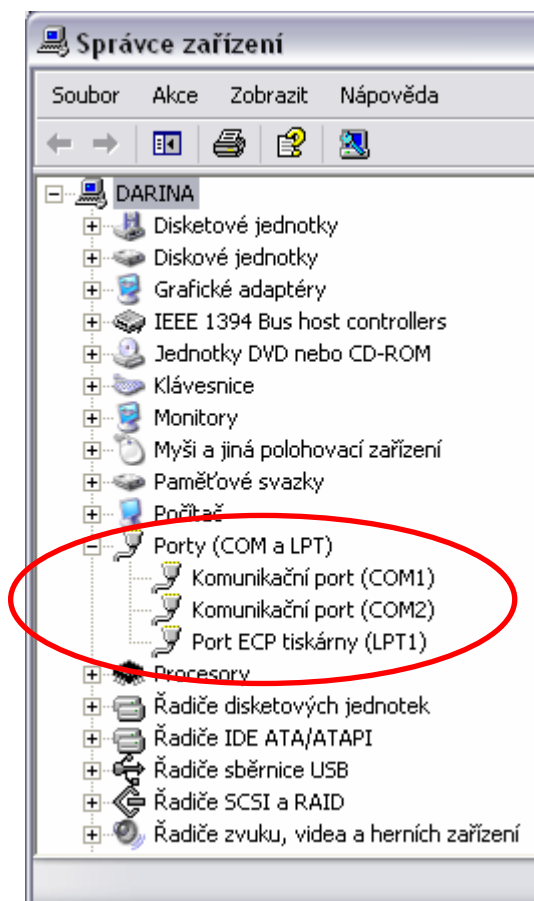
Samotné upínací zařízení (viz Obr. 5.5) je jednoduše a rychle vyměnitelné. K vodící tyči se uchycuje pomocí magnetu. Vzorek (vlákno) je při měření kontaktního úhlu upevněn v mechanických čelistech, které byly získány upravením běžně dostupné svorky. Toto upínací zařízení zajišťuje pevnou fixaci jednoho konce vzorku při pokusu, druhý (měřený) konec je volný a vstupuje do kontaktu s kapalinou.



Obr. 5.5: Schéma upínacího zařízení.

5.4.3 Program pro měření dynamického průběhu

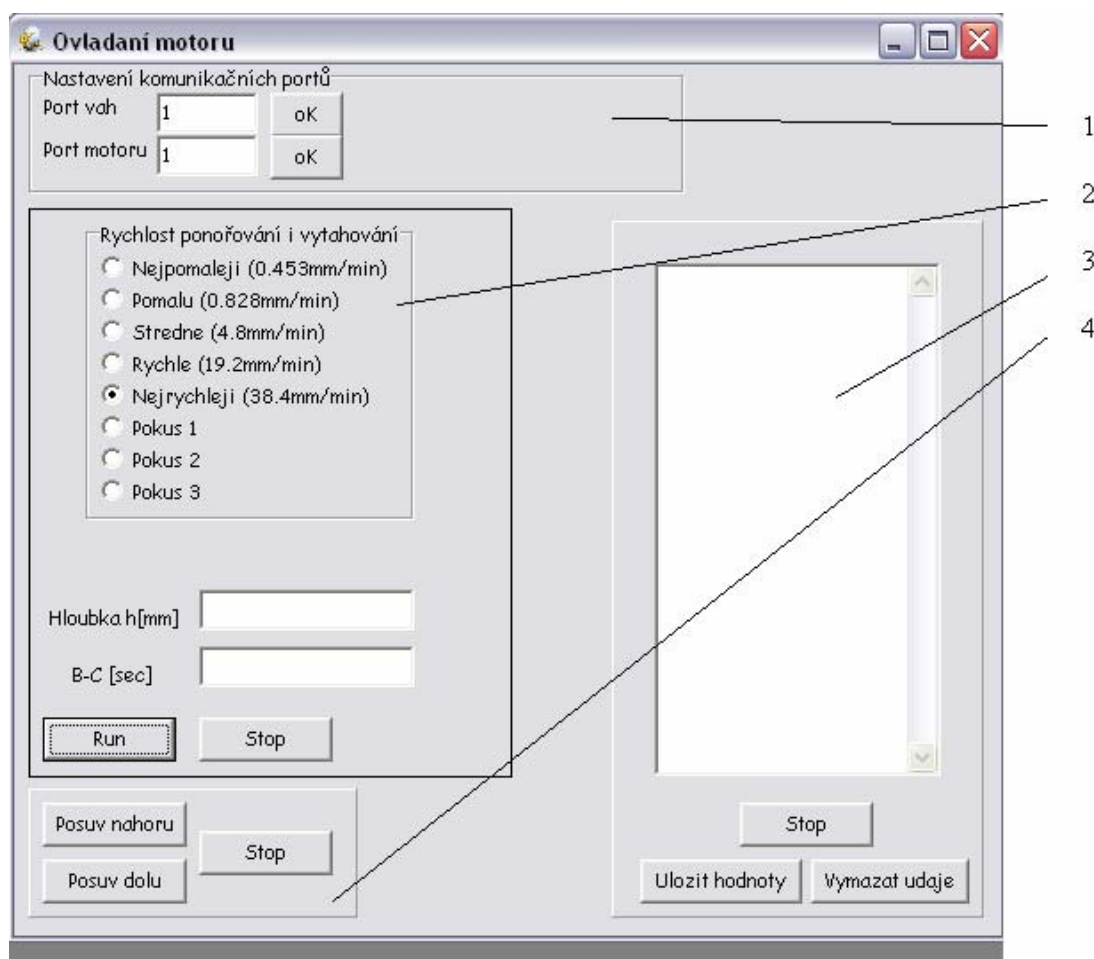
Počítačový program pro tuto metodu byl vytvořen ve spolupráci s FM TUL [27]. Schéma okna programu je znázorněno na Obr. 5.7 dále. V systému Windows ve struktuře *Správce zařízení* nejprve nalezneme přiřazení příslušných komunikačních portů pro připojení motoru a vah (např. COM1), viz Obr. 5.6. Tyto hodnoty se pak zadávají do ovládacího programu v sekci *Nastavení komunikačních portů*.



Obr. 5.6: Komunikační porty

Příprava a průběh měření

1. Nastavení komunikačních portů a ověření propojení jednotlivých částí měřícího zařízení.
2. Nastavení vstupních parametrů - rychlost ponořování i vytahování (v našem případě 38,4 mm/min), hloubka ponoru (9 mm), doba setrvání vlákna v kapalině v max. úvrati (7 sec).
3. Inicie měření (stisknutím tlačítka *Run*)
4. Uložení naměřených hodnot do souboru (tlačítkem *Uložit hodnoty*)
5. Konec měření a možná výměna vlákna.



- 1 - Nastavení komunikačních portů 2 - Nastavení parametrů
3 - Zápis měřených hodnot 4 - Dodatečné ovládání posuvu

Obr. 5.7 Vlastní okno programu

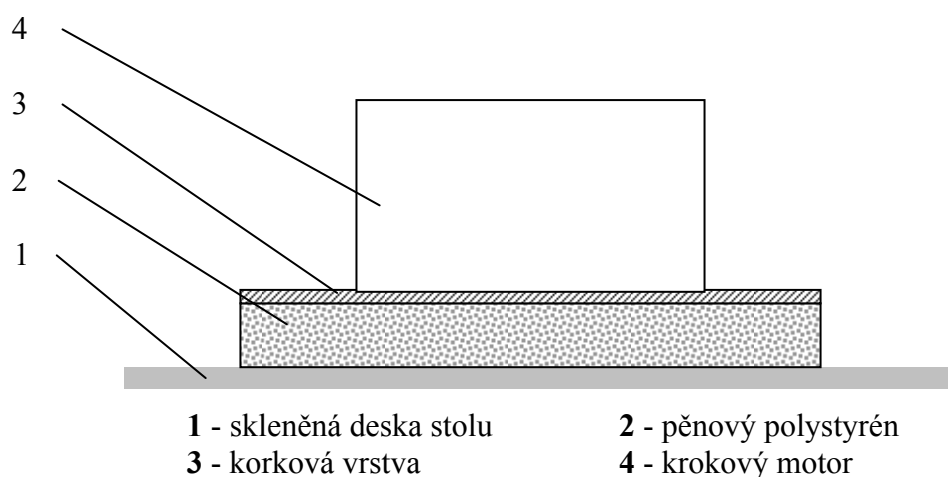
V sekci *Nastavení komunikačních portů* se do okénka napíše číslo příslušného portu, který je obsazen daným zařízením (viz Obr. 5.6). Program je uzpůsoben tak, že po proběhnutí celého procesu měření se vlákno vrátí do výchozí polohy. *Dodatečné ovládání posuvu* je nutné, pokud se jezdec na vodící tyči dostane do krajních poloh. Tyto polohy nejsou ošetřeny elektronickou zarážkou, která by krajní polohu identifikovala. Posuvem nahoru a dolů, je možno jezdec vrátit do optimální polohy uprostřed vodící tyče.

Program byl upraven tak, aby bylo možné uložit vstupní parametry pro celou sadu měření (např. rychlost ponořování a vytahování, hloubka ponoru), čímž byla eliminována možná chyba působením lidského faktoru, a tím byly zajištěny stejné podmínky pro celou sadu měření.

5.4.4 Návrh změn konstrukce

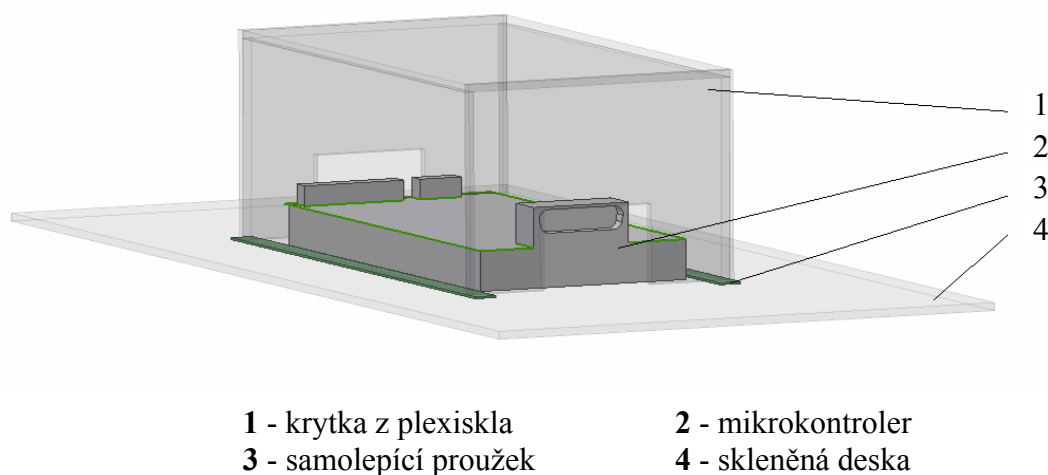
Pro zlepšení snímání celého průběhu měření, reprodukovatelnosti naměřených hodnot a snadnější obsluhy počítačového programu došlo k těmto technickým úpravám:

- přilepení pryžových nástavců na kontaktní plochy tak, aby bylo vlákno dostatečně pevně a stabilně uchyceno, a přesto nedocházelo k deformaci povrchu vlákna;
- uzpůsobení tvaru svorky k přichycení k posuvné tyči konstruovaného zařízení;
- doplnění sestavy o mezivrstvu (tzv. sendvič) pro lepší tlumení rázů z motoru tvořenou deskami z polystyrénu (12 mm) a korku (3 mm) – zamezení vibrací kapaliny v kádince (Obr. 5.8)



Obr. 5.8: Schématické znázornění mezivrstvy.

- návrh na konečné zakrytování celé měřicí soustavy – z důvodu možné prašnosti okolí a dodržení bezpečnosti práce při měření – Obr. 5.9.



Obr. 5.9: Návrh zakrytování soustavy.

Při dlouhodobějším měření došlo k chybě v komunikaci počítače s mikrokontrolerem (ovladač motoru), což bylo odstraněno pouhým odpojením napájecího prvku mikrokontroleru z elektrické sítě. Tato závada byla pravděpodobně způsobena nakumulováním elektrického náboje, který by měl být odváděn pomocí zemnicích kabelů.

Proto je důležité tento bod pro další měření vyřešit.

5.5 MĚŘENÍ KONTAKTNÍHO ÚHLU OPTICKOU METODOU

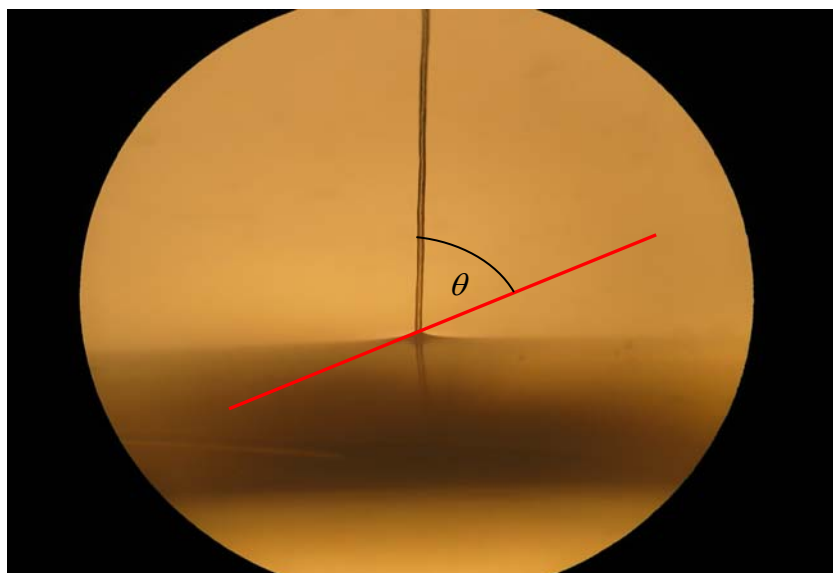
Vlastní měření kontaktního úhlu optickou metodou je možné jen za pomoci kvalitní optické mikroskopie a obrazové analýzy. Při této metodě je získáván statický kontaktní úhel mezi vláknem a kapalinou.

I za použití kvalitního vybavení je nutné používat vlákna spíše většího průměru. Vlákná pod cca 10 μm jsou již příliš tenká – meniskus nelze snímat s takovou přesností, aby následná analýza vedla k použitelným výsledkům. Výška menisku je přímo úměrná poloměru vlákna. Pro vodu a běžná textilní vlákna bývá výška menisku u smáčivých vláken od několika mikrometrů až do desítek mikrometrů.

Dalším důvodem k práci se silnějšími vlákny je nedostatečná pevnost vláken a obecně problematická práce (uchycení, upevnění, napnutí ...) s jemnými vlákny.

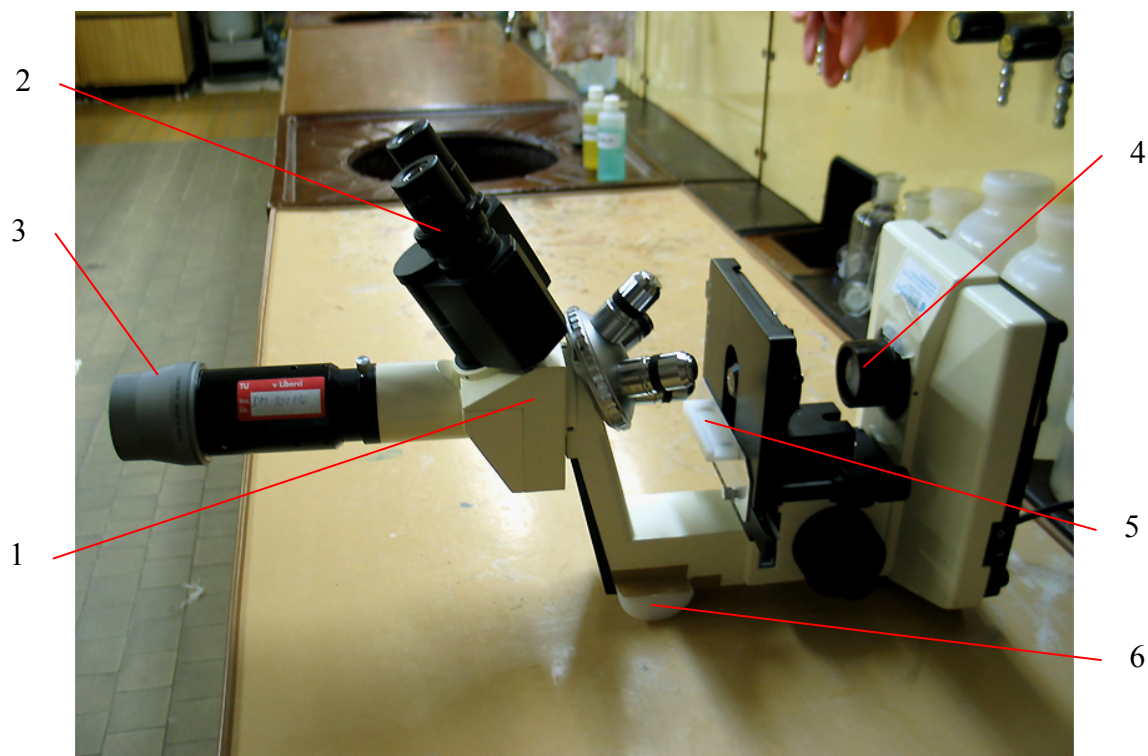
Kontaktní úhel lze přímo odečíst ze snímaného obrazu (viz Obr. 5.10). Vyšší přesnosti však lze dosáhnout pomocí analýzy celého průběhu menisku pomocí fyzikálně podloženého modelu.

Pro rychlé měření jsou vhodnější viskóznější kapaliny (dijodmethan), u kterých dochází k lepšímu tlumení rázů a tím k rychlejší stabilizaci hladiny kapaliny, než u kapalin s malou viskozitou (voda).



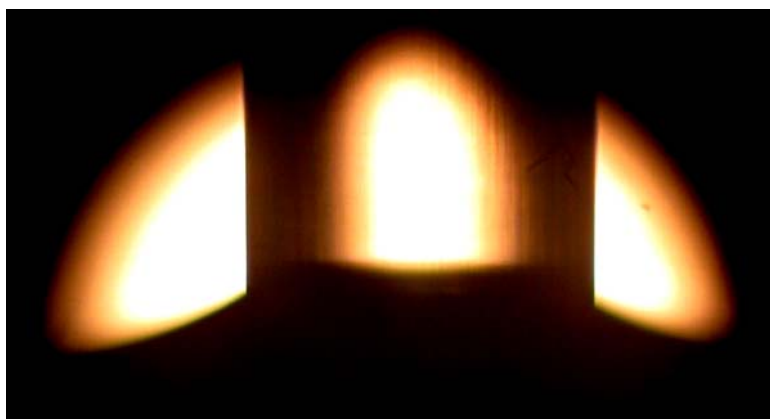
Obr. 5.10: Princip zjišťování kontaktního úhlu θ optickou metodou

Při sledování kontaktu textilních vláken s kapalinami byla použita měřicí sestava, která se skládala z mikroskopu SM6, digitálního fotoaparátu Nikon s fotoadaptérem, skleněné kyvety a speciálního rámečku pro fixaci vlákna [38]. Celý měřicí systém je znázorněn na Obr. 5.11. S použitím uvedeného přístrojového vybavení byly určovány kontaktní úhly, které vznikly při kontaktu kapalin s vlákny.



- | | |
|--------------------------------------|--|
| 1 - mikroskop | 2 - okulár mikroskopu |
| 3 - redukce objektivu pro fotoaparát | 4 - osvětlení |
| 5 - vodící stoleček kyvety | 6 - přípravek pro stabilizaci mikroskopu |

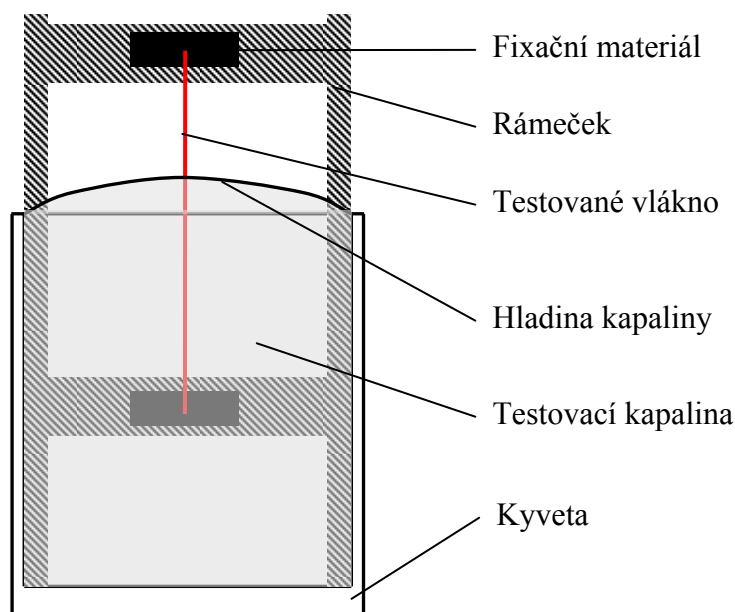
Obr. 5.11: Sestava pro měření úhlu optickou metodou.



Obr. 5.12: Snímek pořízený při měření kontaktního úhlu optickou metodou.

5.5.1 Postup měření – optická metoda

Do fixačního rámečku se upevní testované vlákno tak, aby bylo orientováno kolmo na hladinu kapaliny. Dále se do speciální skleněné *kyvety*, která je upevněna na mikroskopu, připraví kapalina prostřednictvím *mikropipety* (přesně definovaný objem). Rámeček s fixovaným vláknem se pak vloží do kyvety (viz Obr. 5.13).



Obr. 5.13: Příprava vlákna pro měření optickou metodou.

Na mikroskop, který je v horizontální poloze, se připevní speciální objektiv s digitálním fotoaparátem Nikon s fotoadaptérem, který může být spojen přímo s počítačem.

Hladina kapaliny při vložení rámečku s vláknem musí přesahovat přes hranu kyvety. Pro dosažení tohoto stavu je nutné, aby kyveta měla na celém vnitřním obvodu u horní hrany nalepenou silikonovou pásku šířky cca 2 až 5 mm. Tím je dosaženo konkávního tvaru kapaliny, která přesahuje přes horní hranu kyvety.

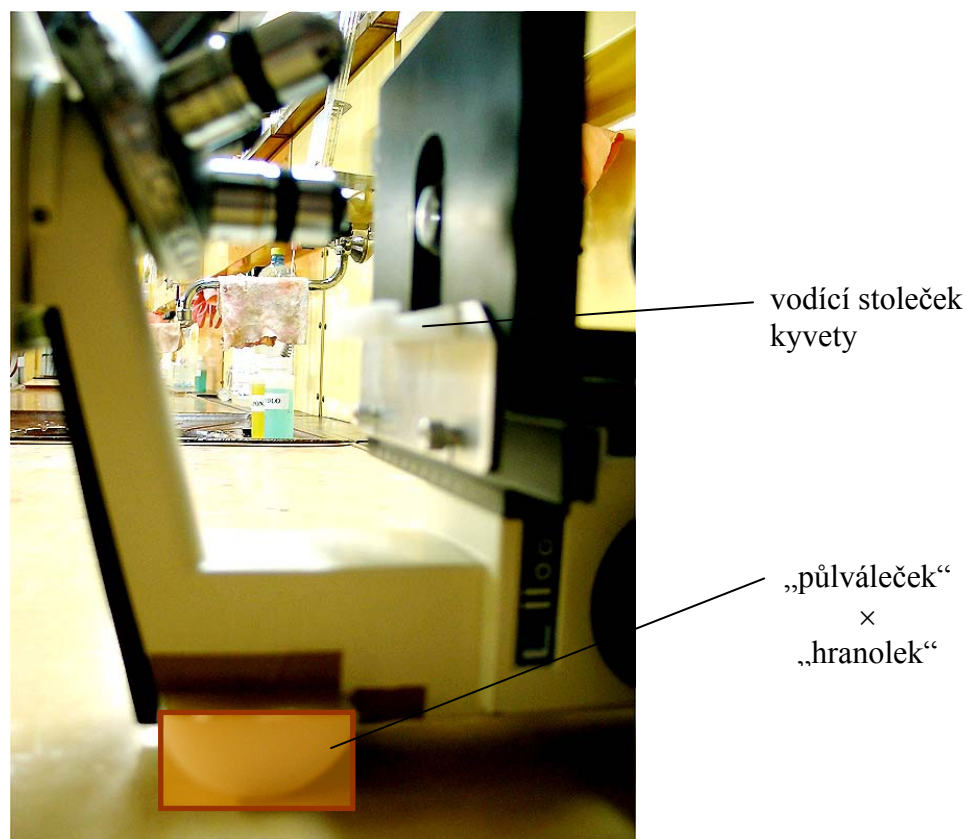
Po vložení rámečku je nutné počkat na ustálení hladiny kapaliny (kapalina nesmí vibrovat). Poté se zhotoví snímek prostřednictvím digitálního fotoaparátu.

Kontaktní úhel mezi kapalinou a vláknem se měří přímo. Před vlastním měřením se provádí kalibrace (může být předem připravená pro jednotlivá vlákna). Měření lze provést buď okamžitě (pokud je připojen počítač s obrazovou analýzou k fotoaparátu) nebo později po stažení snímků pomocí obrazové analýzy v programu LUCIA 1.4 G od firmy Laboratory Imaging.

5.5.2 Návrh změn

Pro zlepšení komfortu uživatele a zajištění reprodukovatelnosti získaných hodnot prošla menším technickým vývojem i tato metoda (viz Obr. 5.14):

- *změna tvaru přípravku*
 - při napojení fotoaparátu k mikroskopu a při dotyku na spoušť fotoaparátu (dlouhá páka) docházelo k destabilizaci sestavy a k vylévání testovací kapaliny z kyvety
 - pro lepší stabilitu celé měřicí sestavy byl místo původního „půlválečku“ navržen hranolek
- *výroba specifické redukce pro mechanické napojení fotoaparátu k mikroskopu*
 - jedná se o redukci určenou pro konkrétní typ mikroskopu i fotoaparátu, nelze ji použít všeobecně pro kterýkoliv typ
 - realizováno externí firmou
- *návrh a realizace vodícího stolečku kyvety*
 - slouží pro fixaci polohy kyvety s testovací kapalinou a rámečkem držícím vlákno



Obr. 5.14: Realizace změn

6. VÝSLEDKY MĚŘENÍ A DISKUZE

Pro měření kontaktních úhlů mezi vláknem a kapalinou byla použita gravimetrická (váhová) metoda s řízeným krokovým motorem, určená k měření kontaktního úhlu vnořovacího a vynořovacího mezi jednotlivými vlákny a kapalinou na základě sledování sil v soustavě, které vznikají při definovaném kontaktu vláken s kapalinou. Z řízeného pohybu vlákna a současně zaznamenávaných dat jsme poté vypočítali velikost kontaktního úhlu.

Druhou metodou použitou k měření statického kontaktního úhlu byla metoda optická, umožňující přímé odečtení hodnoty kontaktního úhlu z obrazové analýzy, případně fotografie, měření. Z vytvořeného fotografického snímku lze okamžitě odečíst hodnotu kontaktního úhlu.

V obou metodách byly použity jako testovací kapaliny voda a diiodmethan.

V další části kapitoly jsou shrnuty výsledky výpočtů povrchového napětí statickou, harmonickou a geometrickou metodou, porovnání s tabulkovými hodnotami a provedena diskuze měření.

6.1 KONTAKTNÍ ÚHLÝ – GRAVIMETRICKÁ METODA

Z průběhů jednotlivých měření gravimetrickou metodou řízenou krokovým motorem byly zaznamenány hmotnostní hodnoty m_a až m_f odečtené podle grafu ideálního průběhu cyklu měření (viz Obr. 5.2). Každý druh vlákna byl proměřen 10×, z těchto měření byly vypočteny průměrné hmotnostní hodnoty, které slouží jako podklad pro následný výpočet kontaktních úhlů. V tabulce 6.1 jsou uvedeny hmotnostní hodnoty m_a až m_f pro destilovanou vodu a použité materiály.

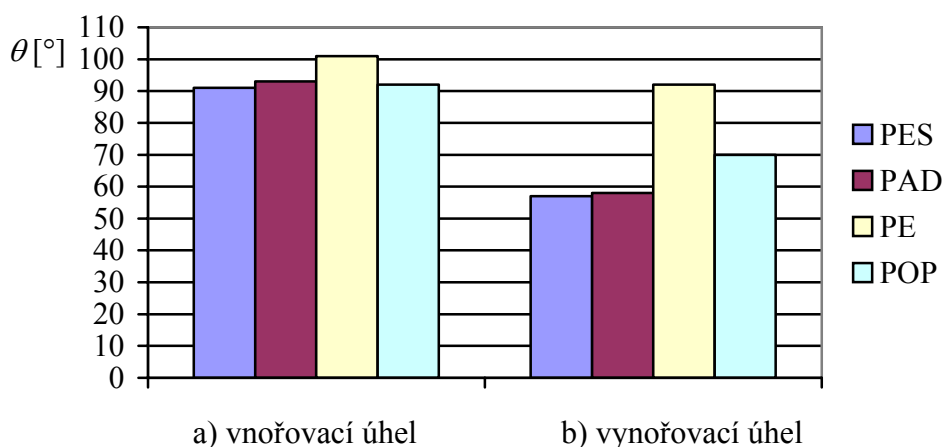
Tab 6.1: Průměrné hmotnostní hodnoty – destilovaná voda.

| Materiál | m_a [mg] | m_b [mg] | m_c [mg] | m_d [mg] | m_e [mg] | m_f [mg] |
|----------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| PES | 1,3 | 5,0 | -6,4 | -10,6 | -10,8 | -0,4 |
| PAD | 4,8 | 22,8 | -6,2 | -30,1 | -30,8 | -0,4 |
| PE | 1,0 | 1,6 | -4,1 | -5,1 | -5,2 | -0,3 |
| POP | -0,1 | -0,4 | -0,4 | -3,1 | -3,3 | -0,2 |

Následující tabulka pak zachycuje vypočtené hodnoty vnořovacích a vynořovacích kontaktních úhlů pro jednotlivé materiály.

Tab. 6.2: Vypočtené hodnoty kontaktních úhlů z gravimetrické metody - destilovaná voda.

| Materiál | Vnořovací úhel θ_1 [°] | Vynořovací úhel | |
|----------|-------------------------------|-----------------|-----------------|
| | | θ_2 [°] | $\cos \theta_2$ |
| PES | 91 | 57 | 0,545 |
| PAD | 93 | 58 | 0,529 |
| PE | 101 | 92 | -0,035 |
| POP | 92 | 70 | 0,342 |

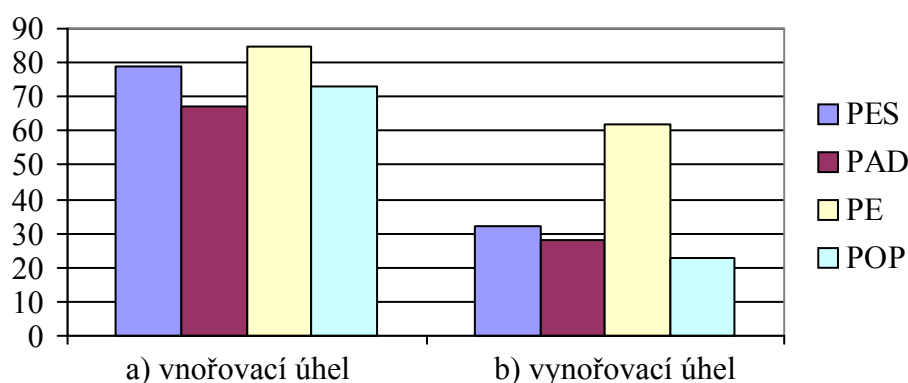


Obr. 6.1.: Grafické porovnání vnořovacího a vynořovacího kontaktního úhlu pro jednotlivé materiály – destilovaná voda.

Obdobně byly získány hodnoty kontaktních úhlů pro diiodmethan, viz Tab. 6.3.

Tab. 6.3: Vypočtené hodnoty kontaktních úhlů z gravimetrické metody – diiodmethan.

| Materiál | Vnořovací úhel θ [°] | Vynořovací úhel | |
|----------|-----------------------------|-----------------|-----------------|
| | | θ_1 [°] | $\cos \theta_1$ |
| PES | 79 | 36 | 0,809 |
| PAD | 67 | 43 | 0,731 |
| PE | 85 | 85 | 0,087 |
| POP | 73 | 54 | 0,588 |



Obr. 6.2.: Grafické porovnání vnořovacího a vynořovacího kontaktního úhlu pro jednotlivé materiály – diiodmethan

Z obou grafických porovnání je na první pohled zřejmé, že nejméně smáčivým materiálem je polyethylen. Kontaktní úhly vnořovací i vynořovací tohoto materiálu jsou nejvyšší, přestože na povrchu vlasce se nacházejí drobné nerovnosti, tzv. šupinky. Jsou malé, a proto neovlivňují velikost kontaktního úhlu ve směru k lepší smáčivosti.

Polyester a polyamid mají podobné hodnoty kontaktních úhlů. PAD je při použití diiodmethanu lépe smáčivý než PES, u destilované vody je to naopak.

Polypropylen se v destilované vodě jeví jako materiál nesmáčivý nebo špatně smáčivý, v diiodmethanu je ve směru vynořovacího úhlu smáčivý na úrovni PES a PAD.

6.2 KONTAKTNÍ ÚHLÝ – OPTICKÁ METODA

Hodnoty kontaktních úhlů byly odečítány přímo z obrazové analýzy získané pomocí programu Lucia 1.4. Z výsledků analýzy byl poté proveden výběr deseti fotografických snímků, stanoveny hodnoty kontaktních úhlů a provedeny statistické výpočty. Tento postup byl aplikován pro všechny měřené vlasce a vlákna.

Ukázka zpracování pro konkrétní materiál PES 0,3 tex je uvedena v Tab. 6.4.

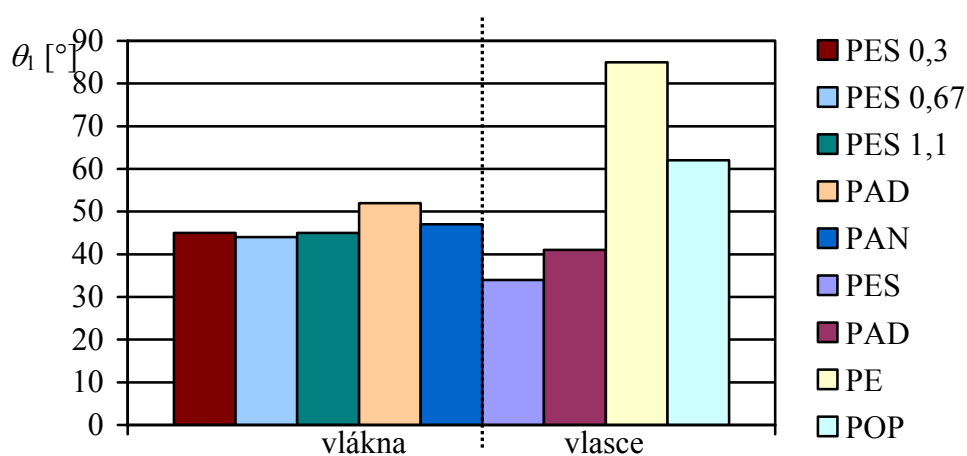
Tab. 6.4: LUCIA 1.4 - Hodnoty kontaktních úhlů PES 0,3 tex – destilovaná voda

| Pořadí měření | Velikost kontaktního úhlu | | Číslo snímku |
|----------------------|---------------------------|-----------------|--------------|
| | zleva | zprava | |
| 1. | 66,45 | 67,41 | 0-47 |
| 2. | 65,07 | 63,61 | 0-49 |
| 3. | 65,73 | 66,55 | 0-57 |
| 4. | 65,43 | 62,33 | 0-61 |
| 5. | 63,80 | 65,62 | 0-65 |
| 6. | 65,20 | 63,27 | 0-69 |
| 7. | 64,50 | 67,19 | 0-70 |
| 8. | 63,43 | 65,66 | 0-75 |
| 9. | 65,75 | 63,16 | 0-76 |
| 10. | 64,73 | 65,13 | 0-77 |
| V | 650,09 | 649,93 | |
| Ø | 65,01 | 64,99 | |
| s² | 0,9222376 | 1,8037831 | |
| v [%] | 1,42 | 2,77 | |
| IS | α = 5 % | α = 10 % | |
| dolní mez | 64,35 | 64,48 | |
| horní mez | 65,67 | 65,54 | |

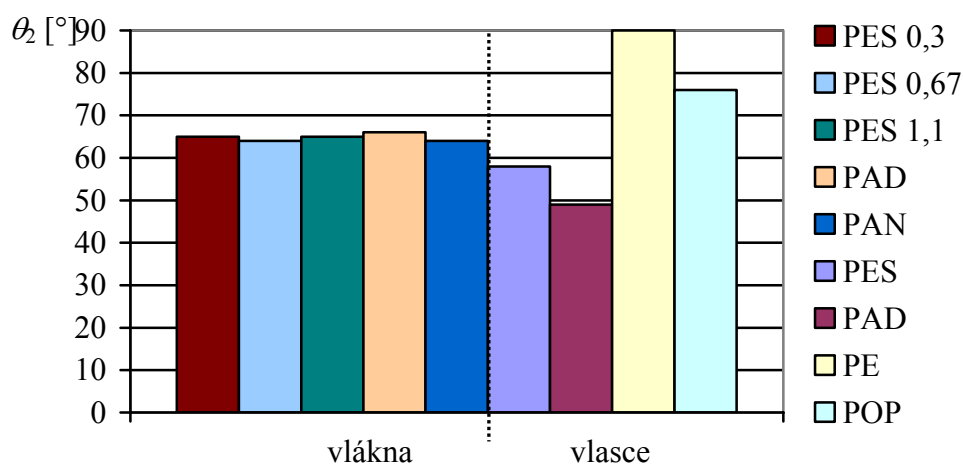
Vypočtené hodnoty kontaktních úhlů pro všechny měřené materiály jsou shrnuty v Tab. 6.5.

Tab. 6.5: Hodnoty kontaktních úhlů θ_1 a θ_2 získaných optickou metodou

| Materiál | | Dijodmethan | | Destilovaná voda | |
|----------|----------|---------------------|-----------------|---------------------|-----------------|
| | | $\theta_1 [^\circ]$ | $\cos \theta_1$ | $\theta_2 [^\circ]$ | $\cos \theta_2$ |
| Vlákno | PES 0,3 | 45 | 0,707 | 65 | 0,423 |
| | PES 0,67 | 44 | 0,719 | 64 | 0,438 |
| | PES 1,1 | 45 | 0,707 | 65 | 0,423 |
| | PAD | 52 | 0,616 | 66 | 0,407 |
| | PAN | 47 | 0,682 | 64 | 0,438 |
| Vlasce | PES | 34 | 0,829 | 58 | 0,530 |
| | PAD | 41 | 0,755 | 49 | 0,656 |
| | PE | 85 | 0,087 | 90 | 0 |
| | POP | 62 | 0,469 | 76 | 0,242 |



Obr. 6.3: Grafické znázornění kontaktních úhlů získaných optickou metodou - diiodmethan



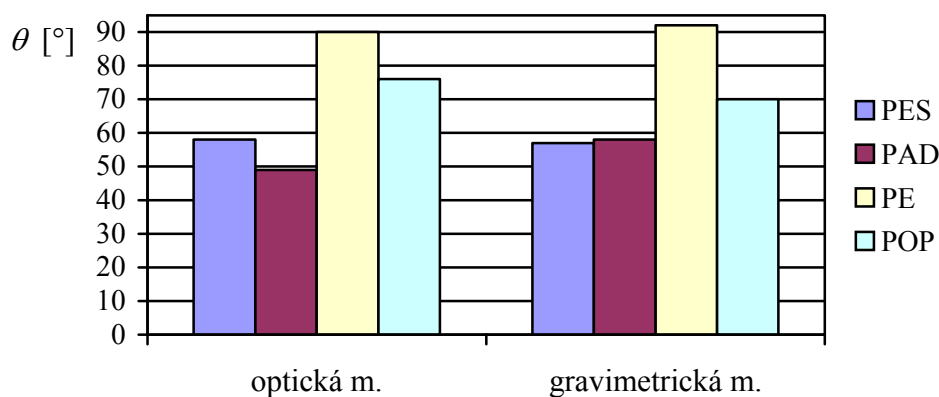
Obr. 6.4: Grafické znázornění kontaktních úhlů získaných optickou met. - destilovaná voda

6.3 KONTAKTNÍ ÚHLÝ - POROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ VLASCŮ

Pro porovnání výsledků měření gravimetrické metody s optickou byly použity *vynořovací kontaktní úhly*, protože čas setrvání vlákna v kapalině při měření tohoto úhlu je pro obě metody téměř shodný (cca 1 min).

Tab. 6.6: Kontaktní úhly - optická a gravimetrická metoda (destilovaná voda)

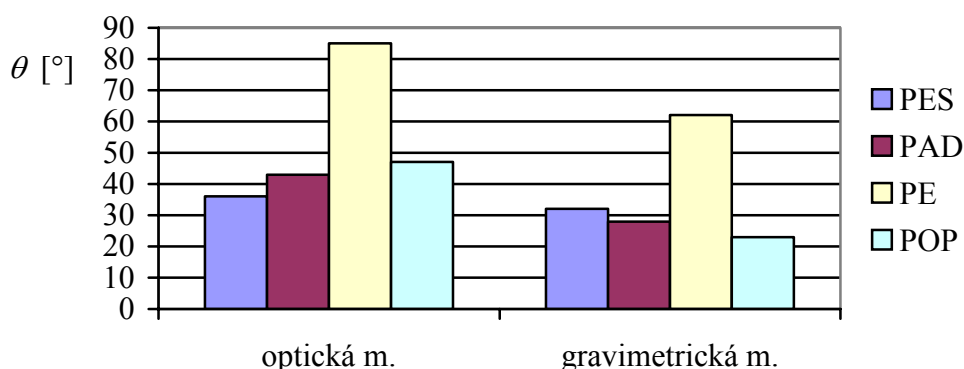
| Materiál | | Optická metoda | | Gravimetrická metoda | |
|----------|-----|-------------------|--------------------|----------------------|--------------------|
| | | θ_{20} [°] | $\cos \theta_{20}$ | θ_{2G} [°] | $\cos \theta_{2G}$ |
| Vlasec | PES | 58 | 0,530 | 57 | 0,545 |
| | PAD | 49 | 0,656 | 58 | 0,529 |
| | PE | 90 | 0 | 92 | -0,035 |
| | POP | 76 | 0,242 | 70 | 0,342 |



Obr. 6.5: Srovnání kontaktních úhlů - optická a gravimetrická m. (destilovaná voda).

Tab. 6.7: Kontaktní úhly - optická a gravimetrická metoda (dijodmethan)

| Materiál | | Optická metoda | | Gravimetrická metoda | |
|----------|-----|-------------------|--------------------|----------------------|--------------------|
| | | θ_{10} [°] | $\cos \theta_{10}$ | θ_{1G} [°] | $\cos \theta_{1G}$ |
| Vlasec | PES | 36 | 0,809 | 32 | 0,848 |
| | PAD | 43 | 0,731 | 28 | 0,883 |
| | PE | 85 | 0,087 | 62 | 0,469 |
| | POP | 47 | 0,682 | 23 | 0,921 |



Obr. 6.6: Srovnání kontaktních úhlů - optická a gravimetrická m. (dijodmethan).

6.4 POVRCHOVÉ NAPĚTÍ – POROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ

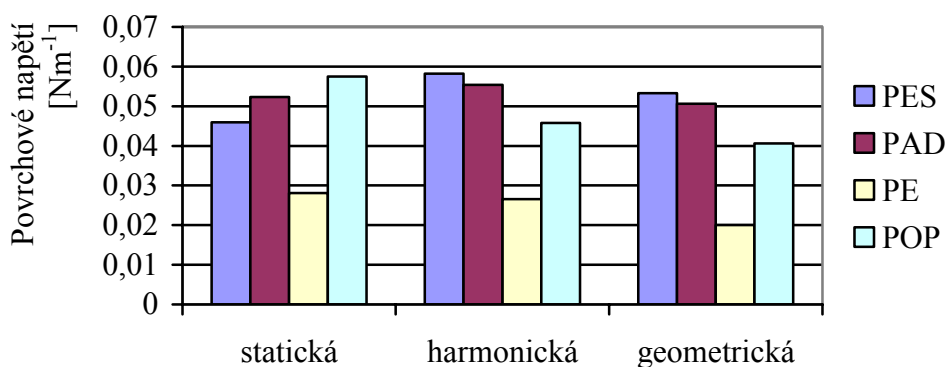
Pro výpočet hodnot povrchového napětí jsme použili tyto tři metody:

- Statická metoda podle Gooda a Girifalca
- Harmonická metoda podle Wu
- Geometrická metoda podle Fowkese

Výpočtové vzorce jsou uvedeny v Kap. 3.5.1.

Tab. 6.8: Povrchové napětí – gravimetrická metoda (destilovaná voda × diiodmethan)

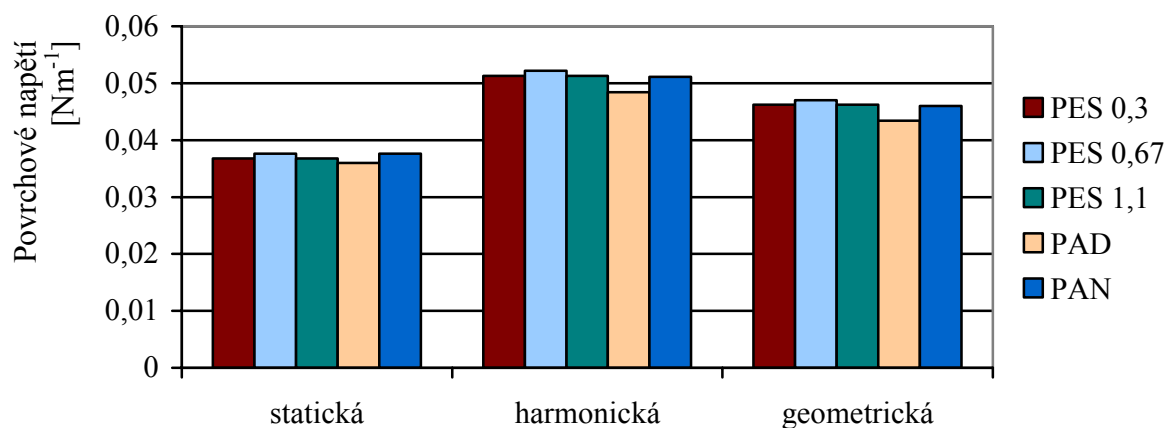
| Materiál | | Statická m. | Harmonická metoda | | | Geometrická metoda | | |
|----------|-----|--------------------------------|-------------------|--------------|--------------------------------|--------------------|--------------|--------------------------------|
| | | γ_c [Nm ⁻¹] | γ_s^d | γ_s^n | γ_s [Nm ⁻¹] | γ_s^d | γ_s^n | γ_s [Nm ⁻¹] |
| Vlasec | PES | 0,0434 | 0,0419 | 0,0163 | 0,0582 | 0,0416 | 0,0117 | 0,0533 |
| | PAD | 0,0426 | 0,0387 | 0,0167 | 0,0554 | 0,0381 | 0,0125 | 0,0506 |
| | PE | 0,0169 | 0,0189 | 0,0077 | 0,0266 | 0,0150 | 0,0050 | 0,0200 |
| | POP | 0,0328 | 0,0334 | 0,0124 | 0,0458 | 0,0320 | 0,0086 | 0,0406 |



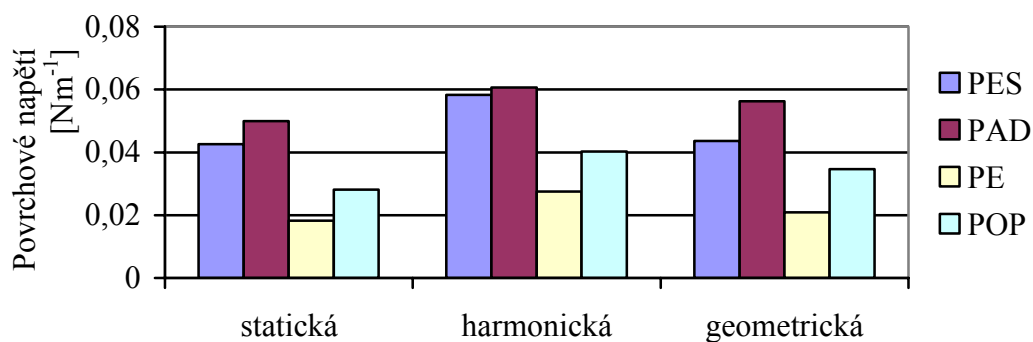
Obr. 6.7: GM - grafické porovnání celkového povrchového napětí vlasců vypočteného uvedenými metodami

Tab. 6.9: Povrchové napětí – optická metoda (destilovaná voda × diiodmethan).

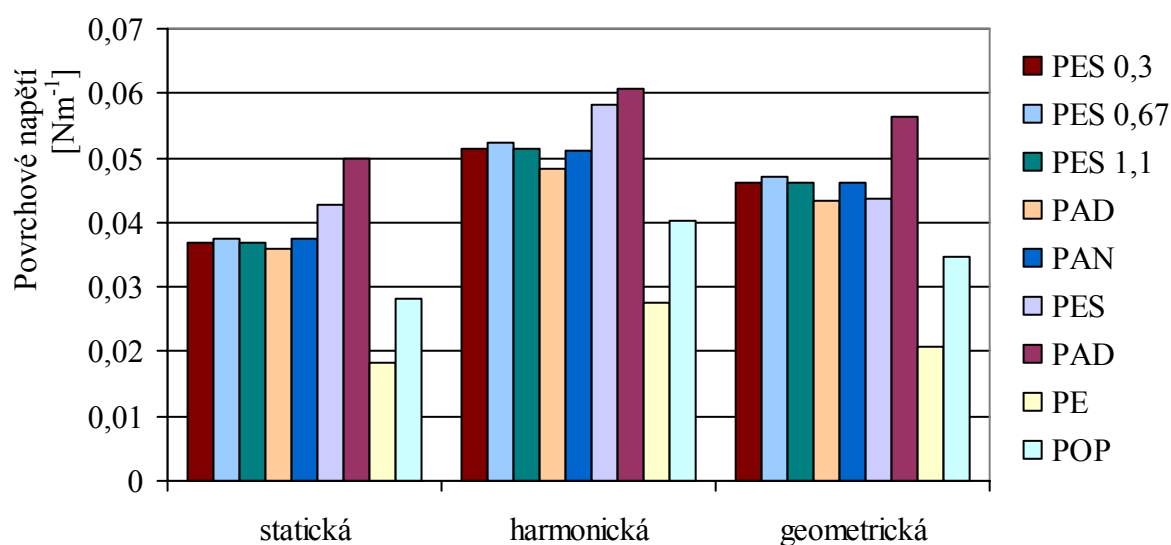
| Materiál | | Statická m. | Harmonická metoda | | | Geometrická metoda | | |
|----------|----------|--------------------------------|-------------------|--------------|--------------------------------|--------------------|--------------|--------------------------------|
| | | γ_c [Nm ⁻¹] | γ_s^d | γ_s^n | γ_s [Nm ⁻¹] | γ_s^d | γ_s^n | γ_s [Nm ⁻¹] |
| Vlákno | PES 0,3 | 0,0368 | 0,0378 | 0,0135 | 0,0513 | 0,0370 | 0,0092 | 0,0462 |
| | PES 0,67 | 0,0376 | 0,0383 | 0,0139 | 0,0522 | 0,0375 | 0,0095 | 0,0470 |
| | PES 1,1 | 0,0368 | 0,0378 | 0,0135 | 0,0513 | 0,0370 | 0,0092 | 0,0462 |
| | PAD | 0,0360 | 0,0344 | 0,0140 | 0,0484 | 0,0332 | 0,0102 | 0,0434 |
| | PAN | 0,0376 | 0,0368 | 0,0143 | 0,0511 | 0,0359 | 0,0101 | 0,0460 |
| Vlasec | PES | 0,0426 | 0,0428 | 0,0155 | 0,0583 | 0,0425 | 0,0108 | 0,0436 |
| | PAD | 0,0499 | 0,0397 | 0,0209 | 0,0606 | 0,0391 | 0,0172 | 0,0563 |
| | PE | 0,0182 | 0,0190 | 0,0085 | 0,0275 | 0,0150 | 0,0059 | 0,0209 |
| | POP | 0,0281 | 0,0295 | 0,0108 | 0,0403 | 0,0274 | 0,0073 | 0,0347 |



Obr. 6.8: OM - grafické porovnání celkového povrchového napětí vláken vypočteného uvedenými metodami.



Obr. 6.9: OM - grafické porovnání celkového povrchového napětí vlasců vypočteného uvedenými metodami.



Obr. 6.10: OM - grafické porovnání celkového povrchového napětí vláken i vlasců vypočteného uvedenými metodami.

6.5 ANALÝZA VÝSLEDKŮ MĚŘENÍ

Gravimetrická metoda

Jako perspektivní náhrada doposud standardně používaných gravimetrických metod (např. KRÜSS) se jeví řízená metoda krokovým motorem, která vykazuje srovnatelné výsledky kontaktních úhlů. Má velkou výzkumnou variabilitu a možnost zjišťování kontaktních úhlů za nestandardních podmínek (teplota, zvýšená vlhkost, agresivní chemikálie).

Počítačový program umožňuje volit rychlosti posuvu vlákna dle viskozity kapaliny. Zvýšení přesnosti senzoru vah by pak umožnilo měřit kontaktní úhel i na jemnějších vláknech.

Optická metoda

Optická metoda poskytuje z hlediska styku vlákna s kapalinou reprodukovatelné výsledky z důvodu uchycení testovaného vlákna do pevného rámečku, čímž je zajištěna konstantnost podmínek i pro opakovaná měření. Při porovnání s jinými metodami je pravděpodobně přesnější, protože odečítání výsledků kontaktního úhlu je přímé.

Mezi výhody této metody patří jednoduchá příprava vzorků, možnost pracovat s vlákny velmi malých průměrů, okamžitá vizuální informace o tvaru menisku kapaliny a možnost okamžitého obrazového zpracování, možnost stanovení kontaktního úhlu.

K nevýhodám lze naopak zařadit omezení rozsahu měření kontaktního úhlu na interval $\langle 0^\circ; 90^\circ \rangle$. Úhly větší než 90° se z důvodu kolmé projekce promítají jako úhly velikosti 90° .

U obou použitých metod jsou zachovány stejné tendence smáčivosti či nesmáčivosti jednotlivých druhů materiálů a výsledky korespondují s všeobecně udávanými závěry.

Nesmáčivým materiálem se jeví PE, dále dle výsledků měření kontaktních úhlů se jeví hůře smáčivým materiál PAN a dále v sestupné řadě k lepšímu stupni smáčivosti materiály PAD, POP, PES.

V návaznosti na výsledky kontaktních úhlů je možné porovnat vypočtené výsledky povrchových napětí kapalin s testovanými syntetickými materiály s obdobným úsudkem.

Při pohledu na výsledky závislosti kontaktních úhlů na povrchovém napětí na rozhraní mezi zkoušenými vlákny a příslušnými testovacími kapalinami je na první pohled zřejmé, že s rostoucím povrchovým napětím roste i hodnota kontaktního úhlu. V určitých

místech však dochází ke zlomu. Je to případ, kdy byl jako testovací kapalina použit diiodmethan, který má relativně vysoké povrchové napětí ($50,8 \text{ mNm}^{-1}$), které má pouze disperzní složku tohoto napětí. Nedisperzní složka diiodmethanu je nulová.

V Tab. 6.3 a Tab. 6.5 jsou uvedeny průměrné hodnoty zjišťovaných parametrů, tj. kontaktních úhlů a jejich kosinů, které byly stanoveny na fázovém rozhraní diiodmethanu s polyesterovým, polyamidovým, polyakrylonitrilovým, polyethylenovým a polypropylenovým vláknem.

6.5.1 Porovnání vypočtených hodnot povrchových napětí s publikovanými hodnotami

V publikacích [49] a [50] jsou uváděny následující hodnoty celkového povrchového napětí pro PE, PAD, POP stanovené uvedenými metodami, viz Tab 6.10 a Tab. 6.11.

Tab. 6.10: Celkové povrchové napětí pro PE, PAD, POP [49].

| Celkové povrchové napětí [N m^{-1}] | PES | PAD | POP |
|--|--------|--------|--------|
| Statická metoda | 0,0390 | 0,0415 | 0,0320 |
| Harmonická metoda | 0,0421 | 0,0447 | 0,0330 |
| Geometrická metoda | 0,0413 | 0,0470 | 0,0324 |

Tab. 6.11: Celkové povrchové napětí pro PE, PAD, POP [50].

| Celkové povrchové napětí [N m^{-1}] | PES | PAD | POP |
|--|--------|--------|--------|
| Statická metoda | 0,0440 | 0,0438 | 0,0320 |
| Harmonická metoda | 0,0421 | 0,0447 | 0,0330 |
| Geometrická metoda | 0,0413 | 0,0470 | 0,0310 |

V následujících tabulkách Tab. 6.12 a Tab. 6.13 jsou porovnány hodnoty získané z provedených experimentů s hodnotami publikovanými a s hodnotami uvedenými v [38].

Tab. 6.12: Porovnání vypočtených hodnot povrchových napětí získaných gravimetrickou metodou s publikovanými hodnotami.

| Materiál | Statická metoda | | | Harmonická metoda | | | Geometrická metoda | | |
|----------|-----------------|-----------------|--|-------------------|-------------|------------|--------------------|-------------|--|
| | Vypočtené | Publikované | | Vypočtené | Publikované | | Vypočtené | Publikované | |
| | | [38] | [49], [50] | | [38] | [49], [50] | | [38] | [49], [50] |
| PES | 0,0434 | 0,0035 | 0,0440 ¹⁾ 0,0390 ²⁾ | 0,0582 | 0,048 | 0,0421 | 0,0533 | 0,032 | 0,0413 |
| PAD | 0,0426 | 0,035 | 0,0438 ¹⁾ 0,0415 ²⁾ | 0,0554 | 0,052 | 0,0447 | 0,0506 | 0,033 | 0,0470 |
| PE | 0,0169 | - | - | 0,0266 | - | - | 0,0200 | - | - |
| POP | 0,0328 | 0,026- 0,036 | 0,0320 | 0,0458 | 0,042 | 0,0330 | 0,0406 | 0,038 | 0,0310 ¹⁾ 0,0324 ²⁾ |

Tab. 6.13: Porovnání vypočtených hodnot povrchových napětí získaných optickou metodou s publikovanými hodnotami.

| Materiál | Statická metoda | | | Harmonická metoda | | | Geometrická metoda | | |
|----------|-----------------|-----------------|--|-------------------|-------------|------------|--------------------|-------------|--|
| | Vypočtené | Publikované | | Vypočtené | Publikované | | Vypočtené | Publikované | |
| | | [38] | [49], [50] | | [38] | [49], [50] | | [38] | [49], [50] |
| PES | 0,0426 | 0,035 | 0,0440 ¹⁾ 0,0390 ²⁾ | 0,0583 | 0,048 | 0,0421 | 0,0436 | 0,032 | 0,0413 |
| PAD | 0,0499 | 0,035 | 0,0438 ¹⁾ 0,0415 ²⁾ | 0,0606 | 0,052 | 0,0447 | 0,0563 | 0,033 | 0,0470 |
| PE | 0,0182 | - | - | 0,0275 | - | - | 0,0209 | - | - |
| POP | 0,0281 | 0,026- 0,036 | 0,0320 | 0,0403 | 0,042 | 0,0330 | 0,0347 | 0,038 | 0,0310 ¹⁾ 0,0324 ²⁾ |
| PES 0,3 | 0,0368 | 0,035 | 0,0440 ¹⁾ 0,0390 ²⁾ | 0,0513 | 0,048 | 0,0421 | 0,0462 | 0,032 | 0,0413 |
| PES 0,67 | 0,0376 | 0,035 | | 0,0522 | 0,048 | | 0,0470 | 0,032 | |
| PES 1,1 | 0,0368 | 0,035 | | 0,0513 | 0,048 | | 0,0462 | 0,032 | |
| PAD | 0,0360 | 0,035 | 0,0438 ¹⁾ 0,0415 ²⁾ | 0,0484 | 0,052 | 0,0447 | 0,0434 | 0,033 | 0,0470 |
| PAN | 0,0376 | - | - | 0,0511 | - | - | 0,0460 | - | - |

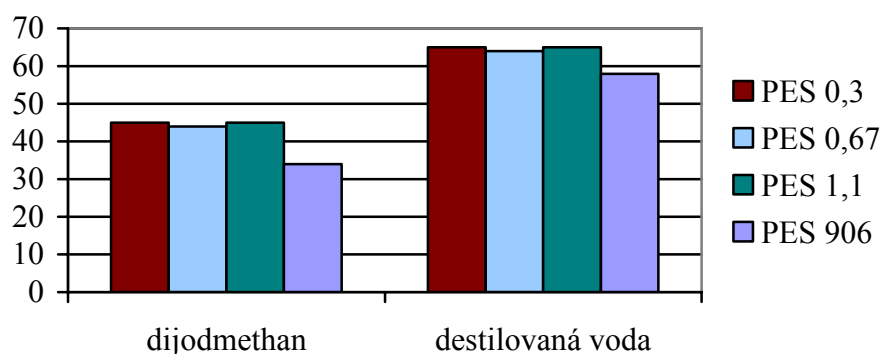
1) publikováno ve [49]

2) publikováno v [50]

6.5.2 Porovnání výsledků získaných optickou metodou pro materiál PES

Tab. 6.14: Porovnání kontaktních úhlů PES získaných optickou metodou.

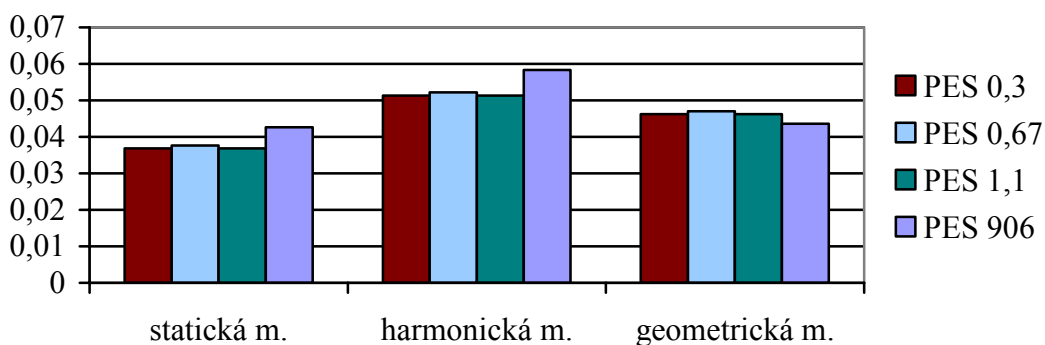
| Jemnost materiálu [tex] | Dijodmethan | Destilovaná voda |
|----------------------------|-------------------|-------------------|
| | $\theta [^\circ]$ | $\theta [^\circ]$ |
| PES 0,3 | 45 | 65 |
| PES 0,67 | 44 | 64 |
| PES 1,1 | 45 | 65 |
| PES 906 | 34 | 58 |



Obr. 6.11: Grafické porovnání hodnot kontaktních úhlů získaných optickou metodou pro materiál PES různých jemností

Tab. 6.15: Porovnání hodnot povrchového napětí získaných optickou metodou pro PES

| Materiál | | statická $\gamma_c [Nm^{-1}]$ | harmonická $\gamma_s [Nm^{-1}]$ | geometrická $\gamma_s [Nm^{-1}]$ |
|----------|----------|----------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|
| Vláknó | PES 0,3 | 0,0368 | 0,0513 | 0,0462 |
| | PES 0,67 | 0,0376 | 0,0522 | 0,0470 |
| | PES 1,1 | 0,0368 | 0,0513 | 0,0462 |
| | Ø vláken | 0,0371 | 0,0516 | 0,0465 |
| Vlasec | PES 906 | 0,0426 | 0,0583 | 0,0436 |
| | Ø PES | 0,0385 | 0,0533 | 0,0458 |



Obr. 6.12: Grafické porovnání hodnot povrchového napětí získaných optickou metodou pro materiál PES různých jemností

První tři vlákna mají stejnou modifikaci, hladký povrch, interval jemnosti je velmi malý, a proto i velikost kontaktního úhlu je téměř shodná u obou testovacích kapalin. Naproti tomu vlasec PES 906 vykazuje nižší hodnotu kontaktního úhlu, a to z důvodu vyšší členitosti svého povrchu.

Dále je patrné, že pro použitou kapalinou diiodmethan vychází hodnota kontaktního úhlu nižší. Je to způsobeno jeho vyšší viskozitou a nižší hodnotou povrchového napětí oproti vodě. Z důvodu větší členitosti povrchu vlasce PES 906 vůči hladšímu povrchu prvních tří vláken diiodmethan v jednotlivých nerovnostech povrchu vlasce více ulpívá.

Hodnoty povrchového napětí pro kombinaci diiodmethan × destilovaná voda odpovídají velikostem naměřených hodnot kontaktních úhlů použitých PES materiálů.

Z tabulek i grafického znázornění lze konstatovat, že jemnost materiálu nemá vliv na velikost kontaktního úhlu či hodnotu povrchového napětí.

7. ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo stanovení povrchových energií vybraných druhů textilních vláken a porovnání výsledků kontaktních úhlů a povrchových energií určených optickou a gravimetrickou metodou, dále pak vývoj obou metod použitých pro měření kontaktního úhlu na elementárních vláknech - optické a gravimetrické metody.

Hodnoty povrchových energií (kritického povrchového napětí) stanovených statickou metodou se dvěma různými kapalinami se od sebe zčásti liší.

U polyesterových a polyamidových vláken jsou hodnoty velmi podobné a pohybují se u obou testovacích kapalin v rozmezí 36,8 - 49,9 mNm⁻¹.

Publikované hodnoty kritického povrchového napětí stanoveného statickou metodou mají u polyesteru i polyamidu hodnotu asi 44 mNm⁻¹ (viz Tab. 6.10 a Tab. 6.11), dále 35 mNm⁻¹ [38].

Pro polypropylen vychází kritické povrchové napětí (viz Tab. 6.12, 6.13) obdobně jako publikovaná hodnota, a to 28 - 32 mNm⁻¹.

Polyethylen má hodnotu povrchového napětí 17 mNm⁻¹.

Další metodou použitou pro stanovení povrchového napětí je metoda harmonická. Podobně jako u statické metody vychází hodnoty povrchového napětí stanovené harmonickou metodou u polyesterového a polyamidového vlákna velmi podobně.

U polyesteru v rozmezí 51,3 - 58 mNm⁻¹ v případě použití destilované vody a diiodmethanu, u polyamidu vychází povrchové napětí se stejnými kapalinami 55 - 60,6 mNm⁻¹. Tabulková hodnota podle [50] je u polyesteru 42 mNm⁻¹, u [38] hodnotu 48 mNm⁻¹ a u polyamidu 45 mNm⁻¹, u [38] hodnota 52 mNm⁻¹.

V případě polypropylenu jsou vypočtené hodnoty u destilované vody a diiodmethanu 40,3 - 45,8 mNm⁻¹. Wu [50] uvádí hodnotu povrchového napětí polypropylenu stanovenou harmonickou metodou 33 mNm⁻¹, [38] na 42 mNm⁻¹.

Polyethylen má hodnotu povrchového napětí 27 mNm⁻¹.

Poslední použitá metoda pro určení povrchové energie je metoda geometrická. U testovacích kapalin destilovaná voda a diiodmethan vychází hodnota povrchového napětí u polyesteru 43 mNm⁻¹ a u polyamidu 48 mNm⁻¹, u [38] pro oba materiály shodně 32 mNm⁻¹.

Wu uvádí pro polyamid hodnotu 47 mNm⁻¹ a pro polyester asi 41 mNm⁻¹.

V případě polypropylenu vychází hodnota povrchového napětí určená geometrickou metodou $40,6 \text{ mNm}^{-1}$. Tabulková hodnota podle Wu se pohybuje kolem 31 mNm^{-1} , u [38] je to 38 mNm^{-1} .

Je důležité poznamenat, že u publikovaných hodnot [49] nejsou uvedeny testovací kapaliny. Jak uvádí [24, 50], uvedené metody jsou závislé na volbě testovacích kapalin, zde konkrétně diiodmethan × destilovaná voda.

Jak je výše uvedeno, povrchové napětí se skládá z disperzní a nedisperzní složky. Nedisperzní složka povrchového napětí v sobě zahrnuje řadu sil (acidobazické interakce polární - vodíkové můstky, ...), které mohou vznikat při interakcích kapalin s pevnými látkami. U různých kapalin je poměr těchto složek povrchového napětí dané kapaliny odlišný. Tento fakt je příčinou určitého rozdílu hodnot povrchových napětí vypočtených harmonickou, resp. geometrickou metodou (viz Kap. 3.5.1), a zároveň jisté difference s hodnotami publikovanými.

Podrobná analýza výsledků měření je provedena v Kap. 6.5.

Pro vývoj metod měření kontaktního úhlu na elementárních vláknech bylo v práci řešeno několik technických problémů.

U gravimetrické metody byl pro zlepšení snímání celého průběhu měření, lepší reprodukovatelnost naměřených hodnot a snadnější obsluhu, upraven počítačový program tak, aby bylo možné uložit vstupní parametry pro celou sadu měření (např. rychlost ponořování a vytahování, hloubka ponoru), čímž byla eliminována možná chyba působením lidského faktoru. Bylo navrženo několik konstrukčních změn, a to *přilepení pryžových nástavců na kontaktní plochy, uzpůsobení tvaru svorky k přichycení k posuvné tyči, doplnění sestavy o mezivrstvu (tzv. sendvič) pro lepší tlumení rázů z motoru, návrh na zakrytování měřící soustavy* (viz Kap. 5.4.4).

Optická metoda prošla menším technickým vývojem pro zlepšení komfortu uživatele a zajištění reprodukovatelnosti získaných hodnot. Konkrétně se jednalo o *změnu tvaru přípravku, výrobu specifické redukce pro mechanické napojení fotoaparátu k mikroskopu a realizaci návrhu vodícího stolečku kyvety* (viz Kap. 5.5.2).

Všechna navržená technická vylepšení by měla být realizována a ověřena v praxi na dostatečně velkém množství vzorků.

8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Adamson, N. K.: *The Physics and Chemistry of Surfaces*. 3rd ed., Oxford University Press, London, 1941.
- [2] Adamson, A.W. - Gast: *Physical Chemistry of Surfaces*. 6th ed., New York 1997.
- [3] Brdička R.: *Základy fyzikální chemie*. NČSAV, Praha 1952.
- [4] Bartovská, L. - Šišková, M.: *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*, VŠChT, Praha 2002.
- [5] Dembický, J.: *Messung der Netzfähigkeit von Textilfasern*, Mell. Textilber., 5, 99-101, 2003.
- [6] Grindstaff, T.H.: *A Simple Aparatus and Technique for Contact-Angle Measurements on Small Denier Single Fibers*. Tex. Res. J., **39**, 958, 1969.
- [7] Hála, E. - Reiser, A.: *Fyzikální chemie I*. Academia/NČSAV, Praha 1971.
- [8] Jones, W. C.: *A Method for Measuring contact Angles on Fibers*. J. Coll. And Int. Sci., **24**, 1, 1967.
- [9] Kloubek, J.: *Development of Methods for Surface Free Energy Determination Using Contact Angles of Liquids on Solids*. Advanced in Coll. And Int. Sci., 38, 99, 1992.
- [10] Kello, V. - Tkáč, A.: *Fyzikálna chémia*. Alfa, Bratislava 1972.
- [11] Fikerová L.: *Smáčivost syntetických vláken větších průměrů*. [Bakalářská práce] Liberec, Technická univerzita v Liberci 2005.
- [12] Militký, J.: *Textilní vlákna*. [Skriptum TUL]. TUL, Liberec 2002.
- [13] Moore, W. J.: *Fyzikální chemie*. SNTL, Praha 1981.
- [14] Miller, B. - Young, R.A.: *Methodology of Studying Wettability of Filaments*. Tex. Res. J., **5**, 359, 1974.
- [15] Schick, M. J.: *Surface Characteristic of Fibers and Textiles*. New Jersey 1977
- [16] Wilhelmy, J.: *Physic*, **119**, 177, 1863.
- [17] Zismann, A.V.: *Adhesion and Cohesion*. Verlag Elsevier, New York 1962.
- [18] Zismann, A.V.: *Advances in Chemistry - Contact Angel, Wettability and Adhesion*. Washington 1964.
- [19] Kamath, Y.K. - Horby, S.S. - Weigmann, H.D. - Wilde, M.F.: *Textile Res. J.* 64 (1), 33-40 (1994).
- [20] Wang, Qi - Feng Xunwei: *J. of Dong Hua University*, Vol.27, No.3, Jun 2001.
- [21] Fowkes, M.F.: *Adv. Chem. Ser.*, 43, 99 1964.
- [22] Frenkel, J.: *The Kinetic Theory of Liquids*, Univ. Press, Oxford 1946.
- [23] Beattie, J.A. – Stockmayer, W.H.: *The Thermodynamics and Statistical Mechanics of Real Gases*, Van Nostrad, New York 1951.
- [24] Berg J.C.: *Wettability*, New York 1993.

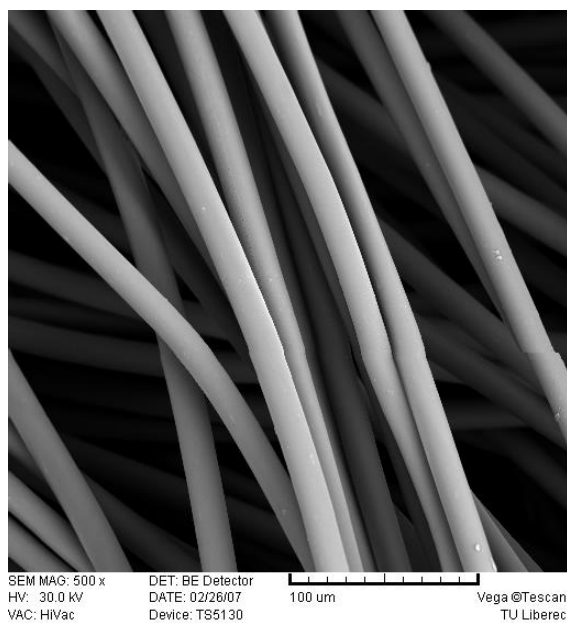
- [25] Harkins, W.D. - Jordan, H.F.: J. Am. Chem. Soc. **52**, 1751 (1930).
- [26] Gupta, B.S. - Whang, H.S.: Int. Nonwovens J. **8**, 36 – 45 (1999).
- [27] Jašíková, D.: *Počítačem řízený posun vzorku textilního materiálu*. [Diplomová práce] Liberec, Technická univerzita v Liberci 2006.
- [28] Harkins, W.D. - Brown, F.E.: J. Am. Chem. Soc., **41**, 499 (1919).
- [29] Aveyard, R. - Haydon, D.A.: *An Introduction to the Principles of Surface Chemistry*, Cambridge University Press 1973.
- [30] Hiemenz, P.C.: *Principles of Colloid and Surface Chemistry*, 2nd Edition, New York 1986.
- [31] Shaw, D. J.: *Introduction to colloid and surface chemistry*, Butterworths, 1980.
- [32] Ščukin, E. D. - Percov, A.V. - Amelinová, E.A.: *Koloidní chemie*, Academia, Praha 1990.
- [33] Gardner, D.J. - Generalla, N.C. - Gunnells, D.W.- Wolcott, W.P.: Langmuir **7**, 2498 (1991).
- [34] Gray, V.R.: Forest Prod. J., **12**, 452, 1962.
- [35] Gray, V.R.: Vortrag, Brüssel 1964.
- [36] Glasstone, S.: *Textbook of Physical Chemistry*, Van Nostrad, New York 1947.
- [37] Odvárka, J. – Dembický, J. – Wiener, J. – Kovačič, V.: *Water-Repellent Finishing of Textiles, Characteristics of Interfaces and Mechanical Parameters*, Vlákná a textil, **9**, 58-65, 2/2002.
- [38] Dembický J.: *Hodnocení smáčivosti vláken*. [Disertační práce] Technická univerzita v Liberci, Liberec 2004.
- [39] Gregg, S.J.: *The Surface Chemistry of Solids*, Reinhold, New York 1951.
- [40] Sewell J.H.: Mod. Plast., 48 (6) **66**, 1971.
- [41] Fowkes, F.M.: *Physico - Chemical Aspects of Polymer Surfaces*, Vol. 2, Plenum Press, New York 1983.
- [42] Hüttinger, J.K.: *Works of Adhesion of the Carbon Fiber-Liquid Interface*, Carbon Vol. 29, No. 8, 1991.
- [43] Weast, R.C.: *Handbook of Chemistry and Physics*, Boca Raton 1983.
- [44] Wu, S.: J. Colloid Interface Sci., 71, 605, 1979.
- [45] Wu, S.: J. Polym. Sci., C34, 19, 1971.
- [46] Fowkes, M.F.: Adv. Chem. Ser., 43, 99 1964.
- [47] Sell, P.J. – Neumann, A.W.: *Die Oberflächenspannung fester Körper*, Angew. Chem., **78**, 1966.
- [48] Fox, H.W.: J. Colloid Sci., **5**, 514, 1950.
- [49] Schick M.J.: Surface Characteristic of Fibers and Textiles, New Jersey 1977.
- [50] Wu S.: Polymer Interface and Adhesion, New York 1982.
- [51] Wolfram E.: Kolloid Z. u. Z. Polymere, **182**, 75, 1962.

PŘÍLOHA

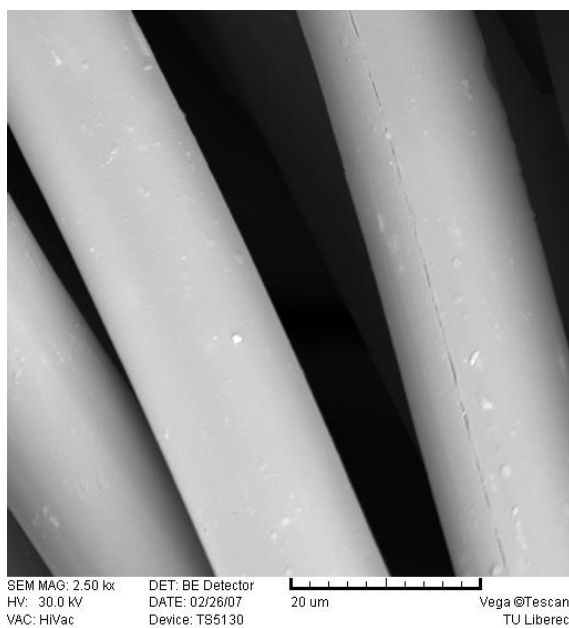
ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE – UKÁZKY POUŽITÝCH MATERIÁLŮ

Vlákno PES 0,3 (jemnost 0,3 tex, \varnothing 17,2 μm)

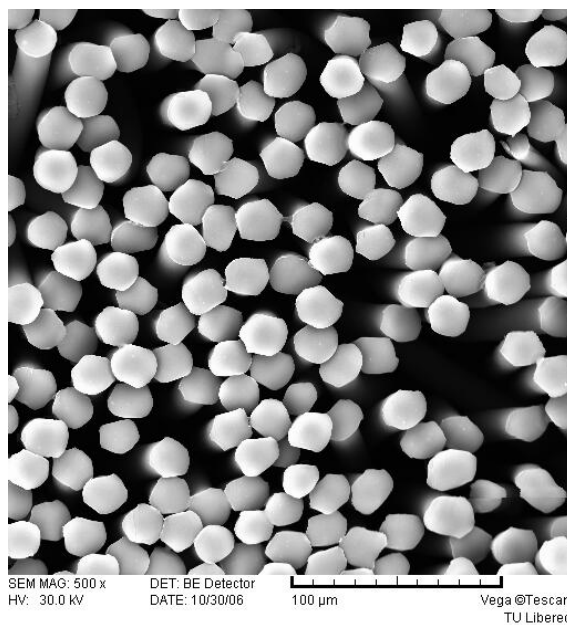
- podélný řez, zvětšení 500×



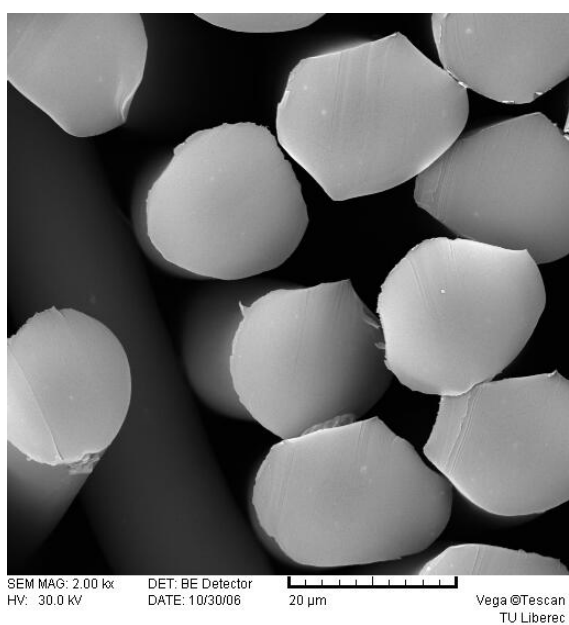
- podélný řez, zvětšení 2500×



- příčný řez, zvětšení 500×

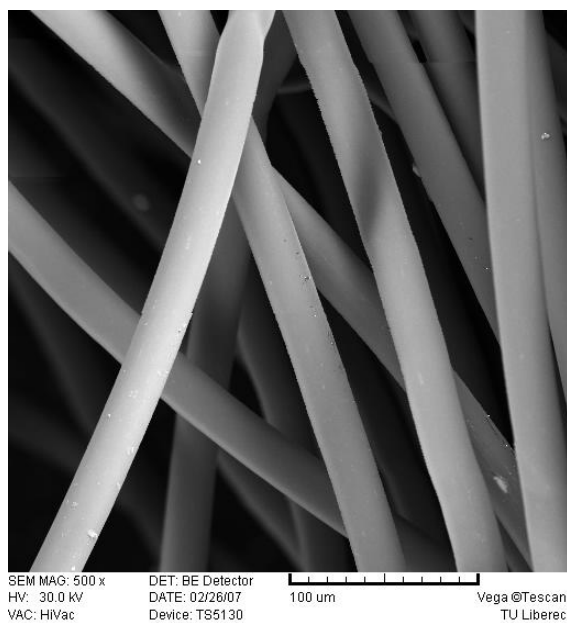


- příčný řez, zvětšení 2000×

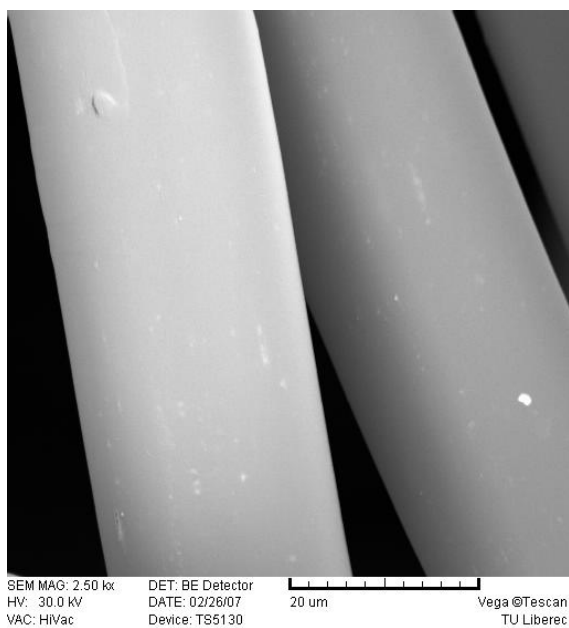


Vlákno PES (jemnost 0,67 tex, průměr 26,2 μm)

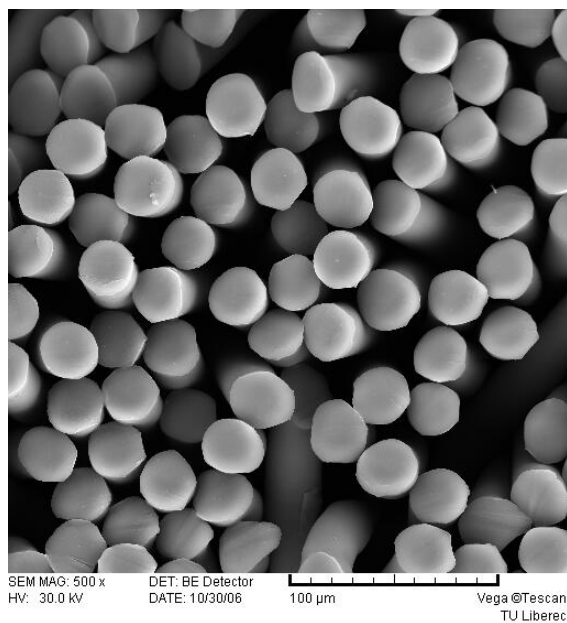
- podélný řez, zvětšení 500×



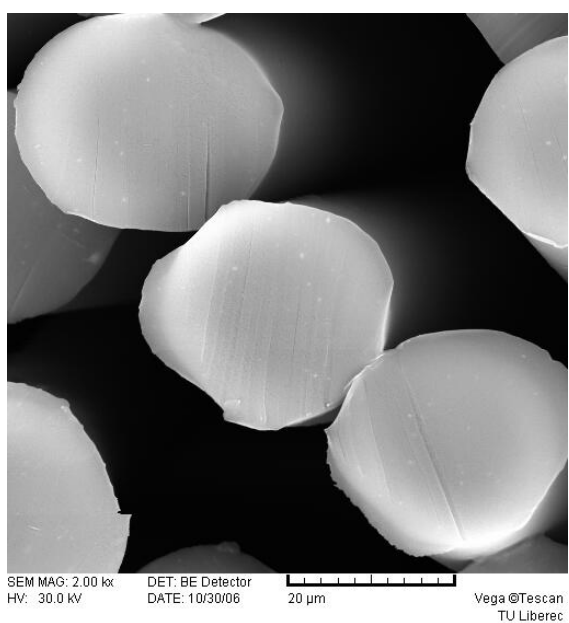
- podélný řez, zvětšení 2500×



- příčný řez, zvětšení 500×

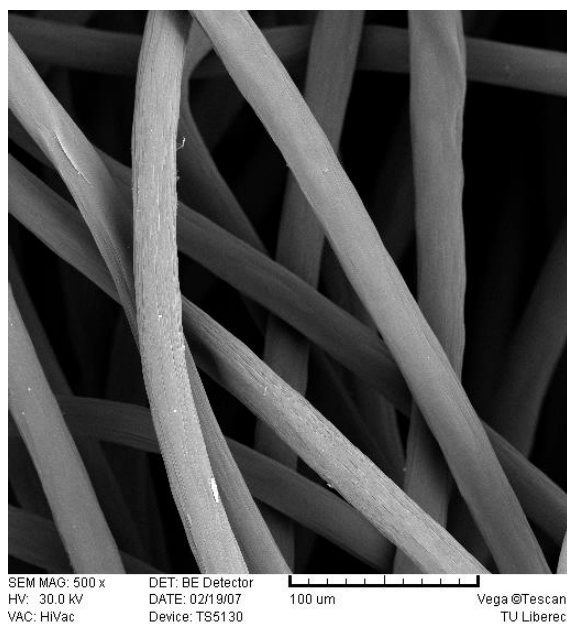


- příčný řez, zvětšení 2000×

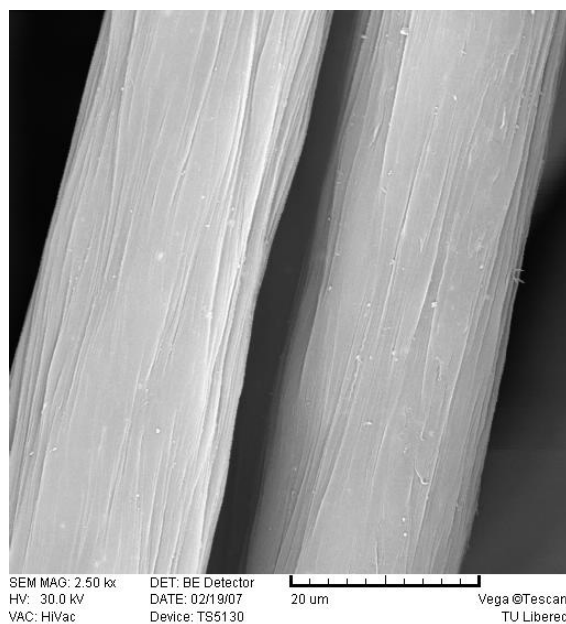


Vlákno DAN (jemnost 0,75 tex, průměr 25,0 μm)

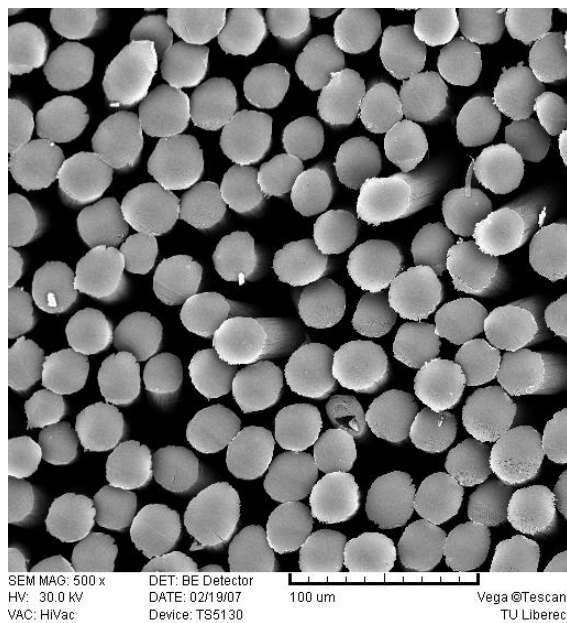
- podélný řez, zvětšení 500×



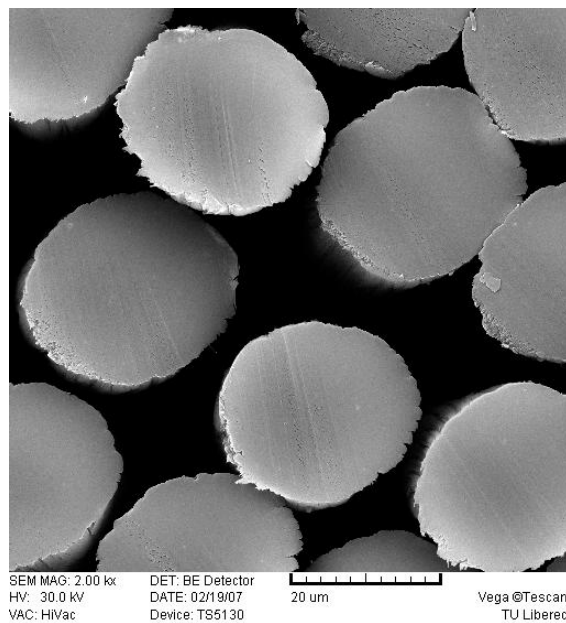
- podélný řez, zvětšení 2500×



- příčný řez, zvětšení 500×

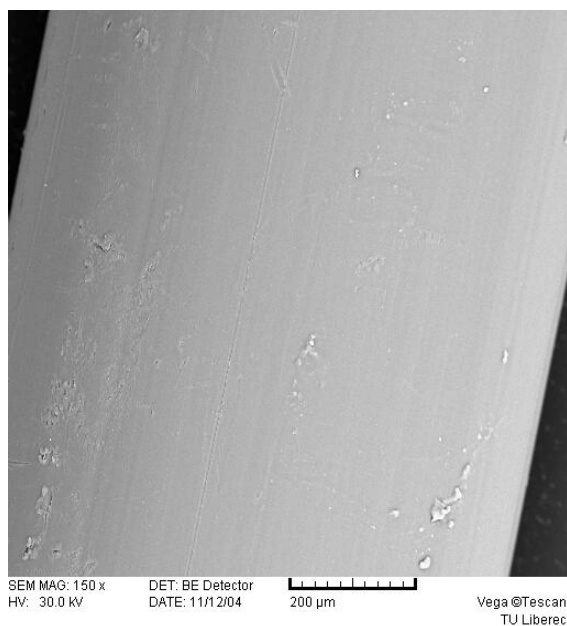


- příčný řez, zvětšení 2000×

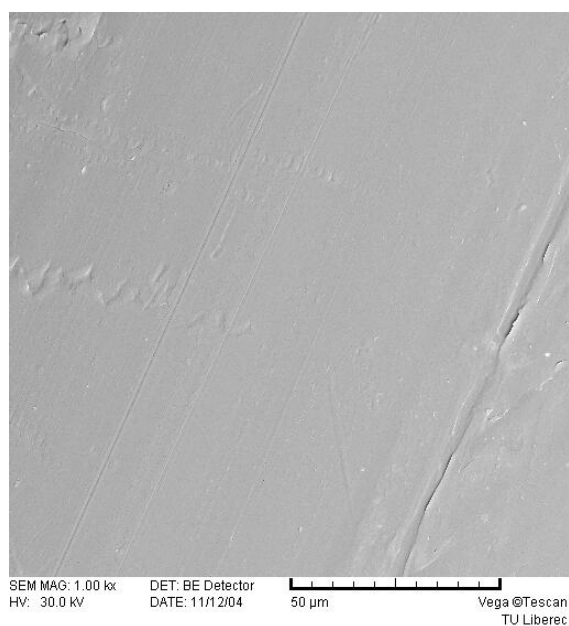


Vlasec PES (jemnost 906 tex, Ø 0,87 mm)

- podélný řez, zvětšení 150×

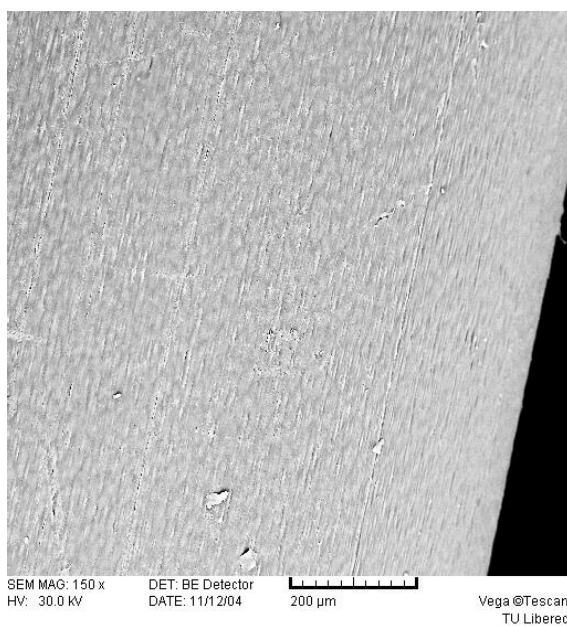


- podélný řez, zvětšení 1000×

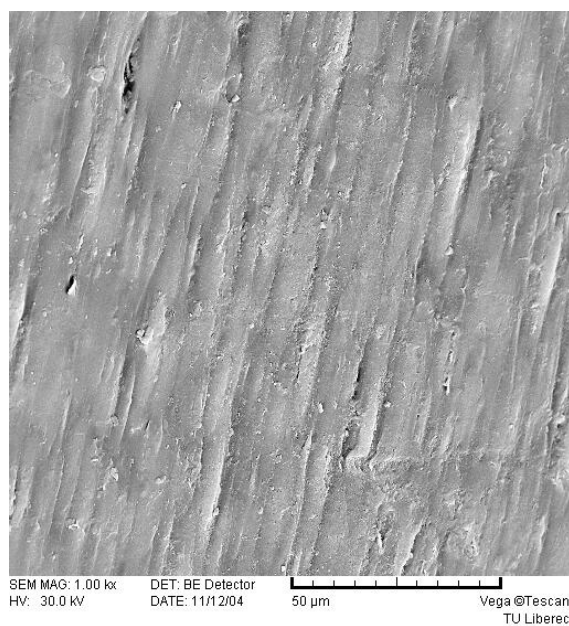


Vlasec PAD (jemnost 3912 tex, Ø 2,00 mm)

- podélný řez, zvětšení 150×

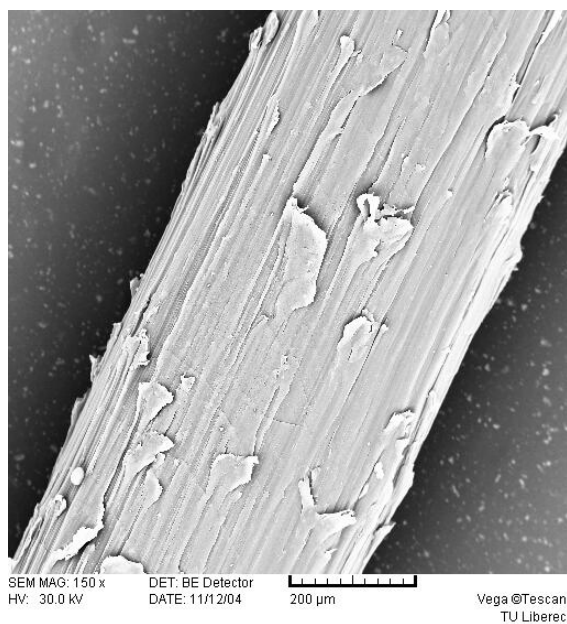


- podélný řez, zvětšení 1000×

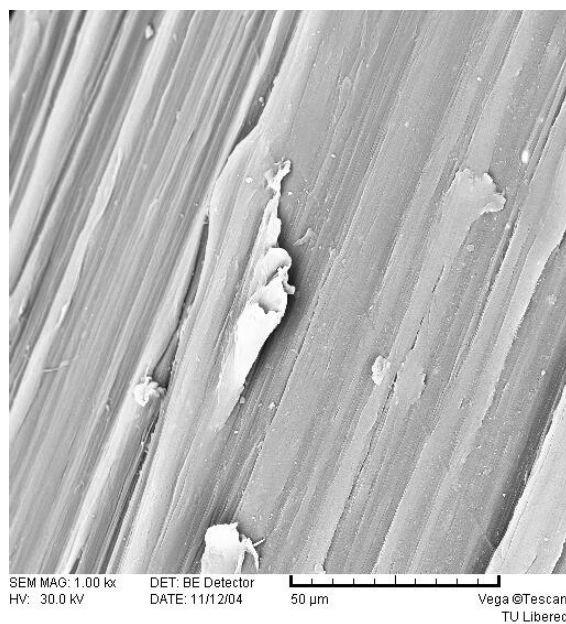


Vlasec PE (jemnost 185 tex, Ø 0,44 mm)

- podélný řez, zvětšení 150×

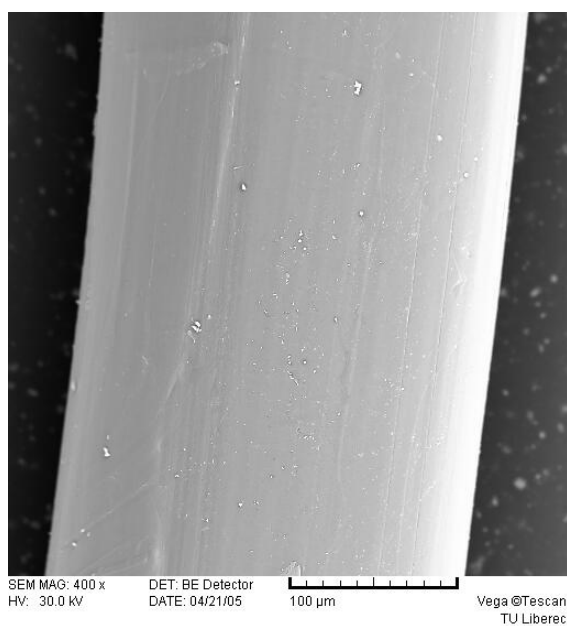


- podélný řez, zvětšení 1000×



Vlasec PDP (jemnost 56 tex, Ø 0,18 mm)

- podélný řez, zvětšení 400×



- podélný řez, zvětšení 1000×

